

SENYAWA NARINGENIN 7, 3', 4'-TRIMETIL ETER DARI DAUN TANAMAN PACAR CINA (AGLAIA ODORATA LOUR.)

Dewi Kusrini, Soleh Kosela dan Chairul

Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA-UNDIP, Kampus Tembalang Semarang

Abstrak

Senyawa Naringenin, 7, 3', 4', - trimetil eter berhasil diisolasi dari fraksi n- heksana ekstrak daun Pacar cina. Senyawa tersebut diisolasi dengan cara kolom kromatografi (KK) dan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) serta ditentukan struktur molekulnya dengan menggunakan metode spektroskopi.

Kata kunci : *naringenin, pacar cina, flavonoid, isolasi, identifikasi.*

Abstract

NARINGENIN 7, 3', 4'-TRIMETIL ETER FROM PACAR CINA'S LEAF

Isolation and identification of bioactive compound of pacar cina's leaf have been conducted by spectroscopy and chromatography method. Sample was extracted by n-hexane and separated by column chromatography using solvent gradient system (n-hexane, chloroform, ethyl acetate and methanol). Two fraction were purified by HPLC and resulting in two compound. The first compound was identified with IR spectroscopy. The result show that they were vibration of OH, >C=O, >C=C<, CH₃ and CH₂. MS spectroscopy gave its molecule weight 330, 0885. Beside that, the compound was also analyzed by ¹H NMR and ¹³CNMR spectrum, it was conclude that compound is naringenin - 7, 3', 4' - tri methyl ether.

Key word : *naringenin, pacar cina, flavonoid, isolation, identification.*

PENDAHULUAN

Tanaman Pacar cina atau Aglaia odorata adalah tanaman yang termasuk dalam keluarga Meliaceae. Tanaman ini termasuk tanaman perdu, berasal dari Cina, juga termasuk tanaman obat tradisional, terutama

daunnya digunakan sebagai obat kudis dan penolak serangga (Perry, 1980), juga rebusan daunnya yang terasa pahit dapat digunakan sebagai pemampat menstruasi yang terus-menerus (bleeding) (Heyne, 1978).

Penelitian kandungan kimia dari daun tanaman pernah dilakukan oleh Shiegtong pada tahun 1977 yang berhasil mengisolasi senyawa aglaiol, pada tahun 1979 Shiegtong bersama Ungphakorn berhasil mengisolasi senyawa odorine dan odorinol, selanjutnya Hayashi dkk (1982) berhasil mengisolasi senyawa odorinol ini, dan ternyata mempunyai aktivitas sebagai anti leukimia. Tanaman Pacar cina (*Aglaia odorata* L) ini, tidak begitu dikenal di Indonesia, kerena umumnya hanya digunakan sebagai hiasan pagar.

Bahan Dan Percobaan

Material bercobaan yaitu *Aglaia odorata* Lour. diperoleh secara acak dari berbagai pohon di daerah Bogor dan sudah dideterminasi di Herbarium Bogoriensis Bogor.

Isolasi Dan Pemurnian

Serbuk kering dari Pacar cina (*Aglaia odorata*) sebanyak 700 g dimaserasi selama satu malam dengan metanol (3 x 3 lt), filtratnya dipekatkan sehingga diperoleh ekstrak kasar sebanyak 85 g. Selanjutnya 80 g ekstrak kasar diekstraksi partisi dengan air + n-Heksana (1: 1) sebanyak 3 X 300 ml, kemudian dipisahkan dan dipekatkan maka diperoleh ekstrak n-Heksana sebanyak 11,23g.

Selanjutnya fraksi n-heksana dilakukan analisis kromatografi lapis tipis untuk mengetahui jumlah komponen yang

terkandung di dalam fraksi n-heksana, juga untuk memilih pelarut yang cocok yaitu campuran n-heksana : etil asetat = 8 : 2. fraksi n-heksana kemudian dianalisis kromatografi kolom dengan fase diam silikagel 60 G dan fase bergerak campuran n-heksana : etil asetat dengan kepolaran secara bertingkat. Fase-fase yang diperoleh yang mempunyai komponen dengan harga Rf yang sama disatukan dalam satu fraksi, pada fraksi yang ke 34-35 menjadi fraksi I terdapat 3 komponen, sedangkan fraksi yang ke 59-69 menjadi fraksi II terdapat 2 komponen. Selanjutnya fraksi II dimurnikan dengan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) dengan kondisi kolom fasa normal (Develosil 30-3, 4, 6/250). Fase gerak n-heksana : etil asetat = 7 : 3. Diperoleh 2 komponen murni, A : 16,3 mg dan B : 135 mg (bagan pemisahan).

Strukturnya ditentukan secara analisis fisika maupun spektroskopi. Titik leleh ditentukan dengan alat Fieser, spektrum infra merah (IR) diukur dalam bentuk pelet KBr, spektrum massa (MS) dan kepastian spektrum massa (High Resolution Mass Spectrometer) dilakukan dengan alat Joel D - 300 Spectrometer (voltase ionisasi 30 eV). 1 H dan ¹³C -NMR, C-H COSY dan H-H COSY diperoleh dengan alat Varian Instrumen Ltd, spektrometer dengan larutan CDCl₃ dengan TMS sebagai standar dalam pada 600Mhz (1 H) dan 50,3 Mhz (13 C). Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dilakukan pada plat silika gel 60 G dan preaksi warna anisaldehid. Pada Kromatografi Kolom sebagai fase diam silika gel 60 G dan fasa geraknya larutan campuran n-heksana : etil

asetat dengan tingkat kepolaran secara bertahap, sedangkan untuk pemurnian digunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) dengan kondisi kolom normal (Develosil 30-3, 4,6/250) dan fase gerak n-heksana : etil asetat (7 : 3). Larutan dipekatkan dengan evaporator (Vakum).

Komponen A : 5'-hidroksi, 7,3',4',-trimetoksi flavanon (Naringenin, 7,3',4',-trimetil eter) sebanyak 16,3 mg, kristal putih, mp 158-160 (C, (M⁺) pada m/z 330, 0885 dihitung untuk rumus molekul (formula) C₁₈H₁₈O₆, 330, 3404.

IR V_{max} cm⁻¹; 3450, 2950, 1650, 1510, 1450, 1430, 1370, 1300, 820 dan 780.

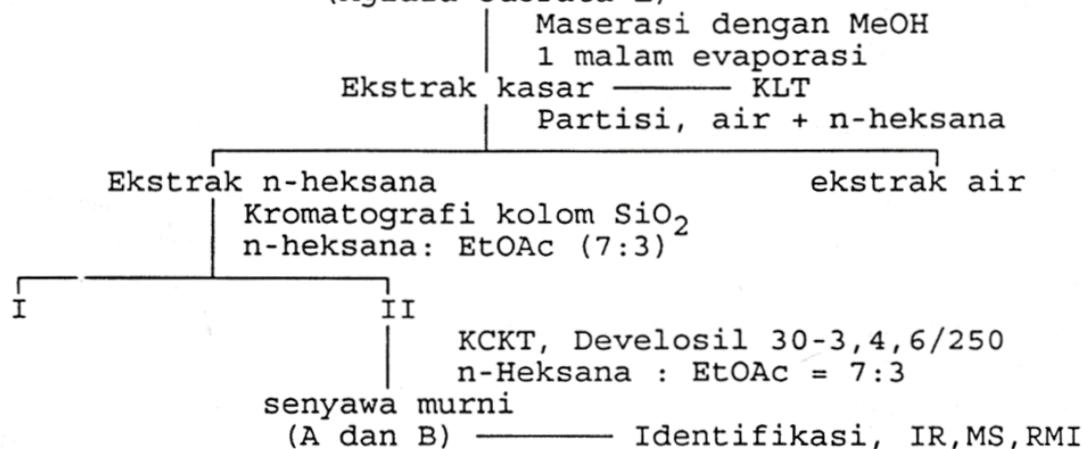
HRMS pada m / z (rel.int %); 330 (M⁺, 88), 313 (6,6), 193 (15,7), 164 (72) dan 151 (100).

¹H-NMR (600 Mhz, CDCl₃) (TMS ; 12,03 (1H, s), 6,99 (1H, d, J = 1 Hz), 6,98 (1H, dd, J=9 dan 1 Hz), 6,92 (1H, d, J = 9 Hz), 6,08 (1H, d, J = 2 Hz), 6,08 (1H, d, J = 2Hz), 5,39 (1H, dd, J= 12 dan 3 Hz), 3,95 (3H, s) 3,91 (3H, s), 3,81 (3H, s,), 3,13 (3H, dd, J= 16 dan 12 Hz) dan 2,85(1H, dd, J= 16 dan 3 Hz).

¹³C-NMR (CDCl₃) (TMS ; 195,9 (s), 168,0 (s), 164,2 (s), 162,8 (s), 149,5 (s), 149,3 (s), 130,8 (s), 118,9 (d), 112,2 (d), 109,9 (d), 103,2 (s), 95,2 (d), 94,3 (d), 79,2 (d), 56,01 (s,OMe), 56,01 (s,OMe), 55,7 (s,OMe) dan 43,35 (t).

Bagan Pemisahan

Serbuk kering pacar cina
(*Aglaia odorata* L)



Data alat KCKT

Pompa : Shimadzu- LC - 6AD
Kolom : Develosil 30 - 3 (4,6 / 250)
Pelarut : n- Heksana : Etil Asetat = 7 : 3
Detektor : Shimadzu RID - 6A
Kec. Kertas : 1 mm/menit
Temperatur : ruang

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil isolasi komponen murni (Pacar cina) dari ekstrak n-heksana dengan cara Kromatografi Kolom dan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) salah satunya adalah komponen A, yang berbentuk kristal putih, mp 158-160 (C. Spektrum Msssa memberikan ion molekul pada m/z 330, 0885 dengan rumus molekul $C_{18}H_{18}O_6$ (HRMS) dan teoritis 330, 140. Spektrum infra merah adanya gugus hidroksil (OH) ditunjukkan pada 3450 cm^{-1} , karbonil terkonyugasi (1650 cm^{-1}), dan eter (1300 cm^{-1}). Spektrum $^1\text{H-NMR}$ (Gb. 1) terlihat adanya sinyal tunggal pada (12,03 (1H,s), menunjukkan adanya gugus hidroksi (OH), pergeseran kimia yang sangat down field karena adanya ikatan hidrogen dengan gugus karbonil ($C=O$), sinyal proton aromatik pada (6,99 (1H, d, $J = 1\text{ Hz}, H-2'$), (6,98 (1H, dd, $J = 9$ dan $1\text{ Hz}, H-6'$), dan (6,92 (1H, d, $J = 9\text{ Hz}, H-5'$) membentuk sistem ABX : ($HC=CH-CH=C$) tetapi tidak begitu sempurna. Sedangkan pada (6,08 (1H, d, $J = 2\text{ Hz}, H-6$) dan (6,07 (1H, d, $J = 2\text{ Hz}, H-8$) merupakan interaksi jarak jauh ($4J$), 3 sinyal tunggal dari gugus metoksi pada (3,92 (3H,s), dan (3,81 (3H,s). Sinyal yang membentuk sistem ABX ke 2 (Atta-ur Rahman, 1989), dimana sinyal X pada (5,4

(1H, dd, $J = 12$ dan $3\text{ Hz}, H-2X$) berinteraksi dengan sistem AB yaitu 2 proton pada (3,13 (1H, dd, $J = 16$ dan $12\text{ Hz}, H-30$ dan (2,85 (1H, dd, $J = 16$ dan $3\text{ Hz}, H-30$) diperjelas dengan spektrum H-H COSY. Spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ (Gb. 2) menunjukkan adanya satu atom karbonil terkonyugasi pada (195, 9 (s), tujuh karbonil kuartener pada (168,0 (s), (164,2 (s), (162,8 (s), d149,5 (s), (149,3 (s), 130,8 dan (103,2 (s). Lima karbon tersier pada (118,9 (d), (112,2 (d), (95,2 (d) dan (94,3 (d), satu karbinol pada (79,2 (d), tiga gugus metoksi 2 diantaranya pada (56,01 (q, OMe) overlapping dan satu lagi pada (55,7 (q, OMe), sedang satu karbon metilen pada (43,35 (t).

Spektrum C-H COSY (Gb.3) memperlihatkan lebih jelas hubungan antara proton dan karbon, dimana proton pada (2,85 (A) dan (3,13 (B) berinteraksi dengan atom karbon yang sama pada (43,4 (t), proton dari gugus metoksi pada (3,81 terikat atom karbon pada (55,7 (q) sedangkan pada (3,91 dan (3,92 terikat pada atom karbon yang sama yaitu pada (56,01 (q), sinyal proton pada (5,4 (X) mempunyai interaksi dengan atom karbon pada (79,2 (d), dua proton aromatik pada (6,08 dan (6,07 berinteraksi dengan atom karbon pada (94,3 (d) dan 95,2 (d), sedangkan tiga atom karbon aromatik yang lain pada (6,99 berinteraksi dengan atom karbon pada (109,5 (d), (6,98 dengan atom karbon pada (118,9 (d) dan (6,92 berinteraksi dengan atom karbon pada (111,2 (d). Pada spektrum H-H COSY, memperlihatkan lebih jelas hubungan proton satu dengan lainnya (Gb. 4), proton pada (2,85 berinteraksi dengan proton pada (3,13

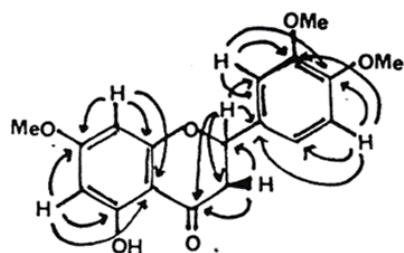
dan (5,4 dengan membentuk sistem ABX, sedangkan proton pada (6, 92 berinteraksi dengan proton pada (6,98 dan (6,99 yang membentuk sistem ABX yang ke dua. Dalam percobaan HMBC (Gb. 5), memperlihatkan lebih jelas hubungan antara satu proton dengan atom karbon yang berdekatan dengan jarak 2 sampai 3 atom karbon. Spektrum menunjukkan sinyal proton AB (2,85) dan (3,13) terletak pada posisi yang berdekatan dengan atom karbonil pada (1,95,9 (s), satu gugus metoksi terletak berdekatan dengan atom karbon kuartener pada (168,0 (s), dua gugus metoksi yang lain terletak berdekatan dengan karbon kuartener pada (149,3 (s) dan 149,5 (s). Gugus hidroksi (OH) terletak berdekatan dengan karbon kuartener pada (164,2 (s), (103,2 (s) dan karbon tersier pada (95,2 (d). Proton X ((5,4) berdampingan dengan karbon kuartetner pada (130,8 (C-1), juga berdekatan dengan karbon tersier pada (109,5 (d) dan (118,9 (d). Dua proton aromatik pada (6,08 berdekatan dengan karbon kuartener pada (168,0 (s) dan (164,2 (s), sedangkan pada (6,07 berdekatan dengan karbon kuartener pada (168,0 (s) dan (162,8 (s). Dari hasil analisis data spektroskopi dapat ditentukan bahwa senyawa yang didapat sebagai Naringenin, 7, 3', 4' - trimetil eter [Shrivastava, 1982 (5-hidroksi , 7, 3', 4', - trimetoksi flavonon)], strukturnya dapat digambarkan beserta ringkasan percobaan HMBC.

Senyawa flavonoid ini pertama kali diisolasi dari daun Pacar cina (*Aglia odorata* L). Banyak sekali senyawa flavonoid yang hampir mirip dengan Naringenin ini, yang sudah diketemukan seperti pada Lauraceae,

Compositae (Shimomura, 1988; Marco; 1988; Raitman, 1985).

KESIMPULAN DAN SARAN

Hasil isolasi dan pemurnian dari daun Pacar cina pada ekstrak n- heksana diperoleh beberapa senyawa murni, salah satunya adalah senyawa flavonoid yaitu: Naringenin, 7, 3', 4' - trimetil eter. Seperti telah diketahui bahwa Naringenin, 7, 3', 4', - trimetil eter terdapat pada tanaman obat, tetapi khasiat dan aktivitasnya belum lagi terungkap. Sebagai tindak lanjut perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui khasiat dan aktivitasnya.



Struktur dan ringkasan HMBC dari senyawa naringenin- 7, 3', 4', - trimetil eter.

Daftar Pustaka

- Atta - ur Rahman, 1989, Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy, National Academy of Higher Education University Grants Commission H-9, Islamabad, Vol. I, 46-51.
- Hayashi. N., Kuo, H.L., and Hall, I.H., (1982), Phytochemistry, 21, 2371-2373.

- Hayne, K., (1987), Tumbuhan berguna Indonesia, Bidang Litbang Kehutanan Jakarta. Jilid II, 1130-1131.
- Marco, A.J., and Barbera, O., (1988), Phytochemistry, 27 (10), 3315-3159.
- Perry, L.M., (1980), Medicinal Plant of East and Southeast asia, The MIT Prees, Cambridge, Massechussetts and London, 260.
- Roitman, J.N., and James, L.F., (1985), Phytochemistri, 24 (4), 835-848.
- Shiengtong, D., (1977), J. Chem. Soc. Perkin Trans, I (5) 510-512.
- Shiengtong, D., and Ungphakorn , A., (1979), Tetrahedron Letters, 24, 2247-2250.
- Shimomura, H., (1988), Phytochemistry, 27 (12) 3937-3939.
- Shrivastava, S.P., (1982), Phytochemistry, 21 (6)1464-1465.
-