

## ISOLASI DAN KARAKTERISASI STRUKTUR FLAVONOID DARI TUMBUHAN SARIPATI (*Clerodendron infortunatum* Linn)

Isnietti<sup>\*)</sup>

### ABSTRACT

A flavonoid of the *Clerodendron infortunatum* Linn has been isolated by ethylacetate fraction of its methanolic extract. Apigenin (5,4 dihidroksiflavin) was isolated by chromatography over silica gel with ethylacetate – hexane as eluent and then crystallized from ethylacetate – hexane to give the flavonoid as plates, m.p. 289-291 °C. The structure of which followed from its spectroscopic properties.

**Key word :** Flavonoid, elusidation, ethylacetate fraction, chromatografi, spectroscopic properties.

<sup>\*)</sup> Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Negeri Padang, email: isnietti@yahoo.com

### PENDAHULUAN

Senyawa kimia di dalam tanaman merupakan hasil metabolisme dari tumbuhan itu sendiri dan sudah sejak lama digunakan sebagai ramuan obat. Penggunaan tumbuhan sebagai obat berkaitan dengan kandungan kimia yang terdapat di dalamnya, terutama zat aktif biologi hasil metabolit sekunder seperti alkaloid, flavonoid, terpenoid dan steroid.

Flavonoid merupakan salah satu golongan senyawa metabolit sekunder yang tersebar dalam tumbuhan, dan mempunyai sifat berupa senyawa yang larut dalam air, warnanya berubah bila ditambah basa atau amonia, sehingga mudah dideteksi pada kromatogram atau dalam larutan, dan mengandung sistem aromatik yang terkonyugasi (Harbone, 1987). Flavonoid mempunyai berbagai aktifitas biologis seperti untuk obat penyakit pembuluh darah, saluran cerna, anti inflamasi, antimikroba, dan anti kanker. Oleh karena itu perlu diketahui cara mengenali, mengisolasi dan mengidentifikasi senyawa tersebut (Markham, 1988).

Salah satu tumbuhan yang telah diuji positif mengandung flavonoid adalah *Clerodendron infortunatum* Linn, yang di Sumatera Barat dikenal dengan nama “tanaman saripati”. Masyarakat yang telah menggunakan daunnya untuk obat demam panas. Menurut Burkill dalam (Bor, Raizoda, 1954) tumbuhan ini telah digunakan oleh masyarakat sebagai obat tradisional untuk obat anti radang dan demam malaria.

*Clerodendron infortunatum* Linn adalah

tumbuhan yang termasuk famili verbenacea, tumbuh secara liar dipekarangan, kebun dan pinggir jalan. Dari penelusuran literatur dan Agricola (1999) belum ditemukan laporan tentang kandungan kimia ataupun bioaktifitas dari tumbuhan tersebut. Dari genus yang sama, *Clerodendron siphonantus* R. Br, dinyatakan mengandung senyawa flavonoid, jenis flavonnya yaitu skutelarein dan metal skutelarein (Mon, Irma et.al., 1998). Dari *Clerodendron inermis* dilaporkan mengandung senyawa diterpen neoklerodane dengan struktur 15 – metoksi – 14, 15 – dihidro – 3 – epikarioptin (Achari et.al., 1992), yang dapat menghambat perkembangan serangga dan anti feedant. Ekstrak dari tumbuhan *Clerodendron trichotomum* memberikan efek pada tekanan darah dan fungsi ginjal (Lu et.al., 1994). *Clerodendron celebriochianum* telah dilaporkan mengandung senyawa glikosida sterol 3 – 0 – ( $\beta$  – D – glukosida) kolesterol, (Goswani et.al., 1996). Daun dan bunga *Clerodendron phlomidis* dilaporkan mengandung senyawa glikosida kalkon, 2<sup>1</sup>-hidroksi-6<sup>1</sup>-metoksi kalkon-4, 4<sup>1</sup>-D-glukosida (Roy dan Pandey, 1994). Nona makan sirih (*Clerodendron thomsonae* Balf.) digunakan sebagai obat radang kronis selaput gendang telinga.

Berdasarkan uraian di atas, telah dilakukan penelitian yang bertujuan mengisolasi flavonoid dan identifikasi daun tumbuhan saripati (*Clerodendron infortunatum* Linn) fraksi etilasetat yang memberikan indikasi kuat (++++) kandungan flavonoidnya. Hasil penelitian ini diharapkan bermanfaat terhadap pengembangan

ilmu pengetahuan terutama dalam penggunaan tumbuhan sebagai sumber senyawa kimia dan tumbuhan sebagai obat tradisional.

### METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan methanol, anhidrida asetat, kloroform, asam sulfat pekat, logam magnesium, asam klorida, natrium hidroksida padat, heksana, etil asetat, air suling, besi (III) klorida, butanol, aluminium klorida, natrium asetat, asam borat, plat KLT, silica gel 60 (70-230 mesh), amoniak pekat.

Peralatan yang digunakan adalah alat destilasi, rotary evaporator, corong pisah, kolom kromatografi, bejana kromatografi lapis tipis, alat-alat gelas, lampu UV, kertas saring, timbangan, oven, spektrofotometer inframerah (Perkin Elmer), alat pengukur titik leleh (Gallen Kamp) dan spektrofotometer UV-VIS (Secoman 2000).

Metode yang digunakan adalah ekstraksi secara maserasi dengan pelarut methanol, fraksinasi dengan bermacam pelarut dan pemeriksaan komponen utama dengan kromatografi lapis tipis. Pemisahan dilakukan dengan kromatografi kolom dan pemurnian dengan cara rekristalisasi. Karakterisasi senyawa hasil isolasi ditentukan dengan penentuan titik leleh, reaksi warna, KLT, KKt-2A, spektrofotometri UV-VIS dan spektrofotometri IR.

Daun segar dirajang sampai halus dan kemudian sebanyak dua kg dimaserasi dengan methanol (3 x 12 L x 5 hari). Ekstrak methanol dipisahkan dengan menyaring dan kemudian dipekatkan in vacuo hingga diperoleh ekstrak kental ± 400 mL. Ekstrak kental ini ditambah 300 mL air panas, lalu diaduk didiamkan semalam dan didekantasi, sehingga diperoleh fraksi air sebanyak 400 mL.

Dengan menggunakan corong pisah, fraksi air difraksinasi dengan n-heksana (5 x 300 mL). Fraksi heksana dipisahkan, fraksi air difraksinasi lagi dengan etilasetat (5 x 300 mL). Fraksi etilasetat diupakan secara in vacuo sampai diperoleh fraksi kental, dan kemudian dikromatografi kolom dengan fasa diam silica gel (40 g) melalui cara preadsorpsi. Setelah itu dielusi dengan fasa gerak heksana : etilasetat (7:3, 1:1, 3:7, 1:9) dengan etilasetat masing-masing 100 mL.

Fraksi yang keluar ditampung dengan vial-vial volume 10 mL, yang berwarna kuning

kehijauan digabung dan dipisahkan dari fraksi yang terlarut. Setelah dimonitor melalui KLT dengan menggunakan heksana: etilasetat (1:1) sebagai pengelusi, KKt-2A, di bawah lampu UV 256 nm dan diberi larutan besi (III) klorida, direkristalisasi dengan methanol panas menghasilkan kristal berbentuk plat berwarna kuning pucat (70 mg, T.L. 289-291 °C). Selanjutnya dilakukan pengukuran spectrum UV, IR dan reaksi warna.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Dua kg daun segar yang telah dirajang diekstraksi dengan methanol. Difraksinasi pertama dengan heksana kemudian dengan etilasetat diperoleh fraksi etilasetat kental sebanyak 23,73 g (1,186 %) yang memberikan indikasi kuat (+++) terhadap senyawa flavonoid dan fenolik dengan tes sianidin dan larutan besi (III) klorida.

Kromatografi kolom terhadap fraksi ini dilanjutkan pemurniannya secara rekristalisasi dan berhasil diisolasi senyawa padat berbentuk plat dengan warna kuning pucat sebanyak 70 mg (0,009% dari berat sample segar), dengan titik leleh 289 – 291 °C. Hasil kromatografi senyawa tersebut dengan eluen heksana : etilasetat (1 : 1) memberikan noda bulat dengan Rf 0,595. Dengan larutan natrium hidroksida 10% memberikan warna kuning, dengan asam sulfat pekat menimbulkan warna kuning dan dengan Mg – HCl menghasilkan warna merah bata. Dengan KKt-2A memberikan noda tunggal berwarna ungu dengan lampu UV, kuning dengan uap NH<sub>3</sub> dan letak bercak pada kromatogram pada bagian kiri. Berpedoman kepada distribusi flavonoid pada kromatogram KKt-2A dengan pengembang BAA/HOAC 15 % diduga flavonoid ini tergolong aglikon flavon.

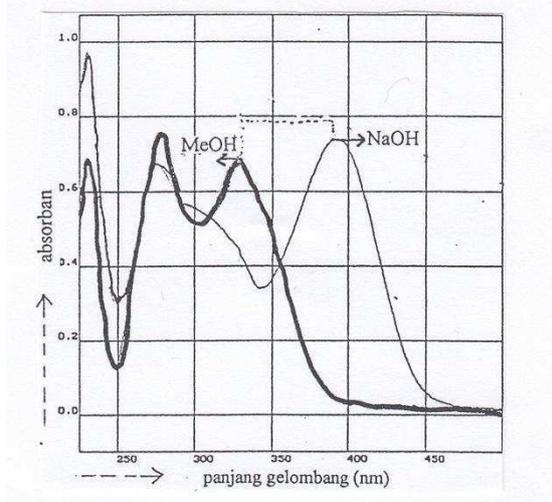
Data spectrum UV Flavonoid dengan methanol (gambar 1) memperlihatkan adanya serapan pada 328 nm (pita I) dan 275 nm (pita II). Data ini mirip dengan serapan flavon (apigenin) (Markham, 1988). Penambahan pereaksi geser natrium hidroksida menyebabkan pergeseran batokromik 64 nm pada pita I diiringi naiknya intensitas serapan, merupakan karakteristik OH pada C<sub>4</sub><sup>1</sup>. Penambahan AlCl<sub>3</sub> / HCl (gambar 2) menyebabkan pergeseran batokromik 23 nm relatif terhadap spectrum MeOH menunjukkan gugus OH pada C<sub>5</sub> dan orto- di-OH pada cincin A. Serapan

penambahan  $\text{AlCl}_3$  /  $\text{HCl}$  dibandingkan terhadap penambahan  $\text{AlCl}_3$  menyebabkan pergeseran hipsokromik 7 nm yang relative tidak berarti, ini menunjukkan tidak adanya gugus orto-di-OH pada cincin B.

Penambahan  $\text{NaOAc}$  (gambar 3) dan juga penambahan  $\text{H}_3\text{BO}_3$  terjadi pergeseran yang sangat kecil pada pita I maupun pada pita II dengan intensitas menurun, ini menunjukkan adanya orto-di-OH pada cincin B.

Spektrum IR flavonoid ini (gambar 4) menunjukkan senyawa mempunyai gugus fungsi OH pada daerah bilangan gelombang  $3402\text{ cm}^{-1}$ , gugus karbonil ( $\text{C}=\text{O}$ ) pada  $1650\text{ cm}^{-1}$ , regang  $\text{C}=\text{C}$  aromatis pada daerah  $1500\text{ cm}^{-1}$ , dan puncak  $1181\text{ cm}^{-1}$  adanya  $\text{C}-\text{O}-\text{C}$  serta  $809\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan tekuk  $\text{C}-\text{H}$  luar bidang.

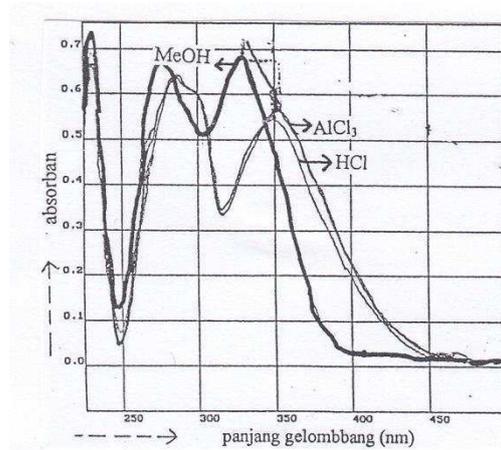
Berdasarkan analisis data yang dikemukakan di atas, dan dibandingkan dengan data yang ada pada literature (Mabry, et.al., 1970) maka diperoleh struktur senyawa flavonoid 5, 4<sup>1</sup> - dihidroksiflavon (gambar 5).



Pergeseran batokromik 64 nm ada OH pada C<sub>4</sub>

- Peaks of SP1
- 230,4 Abs = 0.692
- 275,2 Abs = 0.674
- 328,6 Abs = 0.686
- Peaks of SP2
- 229.8 Abs = 0.973
- 277.9 Abs = 0.760
- 392.6 Abs = 0.742

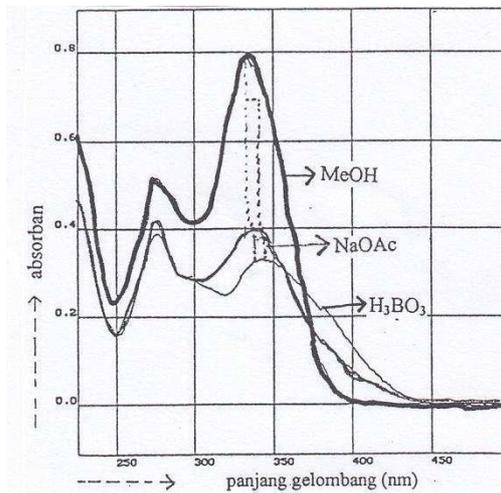
Gambar 1. Spektrum UV Flavonoid Hasil Isolasi dengan Pereksi Geser NaOH



Pergeseran batokromik 23 nm Ada OH pada C<sub>5</sub> dan O-di-OH pada cincin A

- Peaks of SP1
- 230.4 Abs = 0.692
- 275.2 Abs = 0.674
- 328.6 Abs = 0.686
- Peaks of SP3
- 230.3 Abs = 0.739
- 285.5 Abs = 0.642
- 252.3 Abs = 0.564
- Peaks of SP4
- 230.3 Abs = 0.727
- 285.9 Abs = 0.637
- 349.2 Abs = 0.546

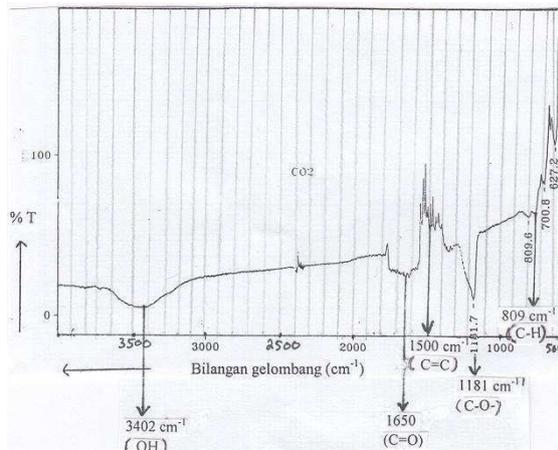
Gambar 2. Spektrum UV Flavonoid Hasil Isolasi dengan Pereaksi Geser  $\text{AlCl}_3$  dan  $\text{HCl}$



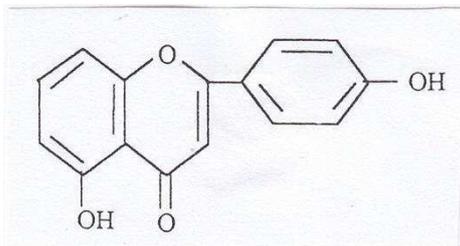
Pergeseran batokromik <<< tidak ada O-di-OH pada cincin B

- Peaks of SP4
- 275.4 Abs = 0.516
- 334.1 Abs = 0.797
- Peaks of SP6
- 276.2 Abs = 0.421
- 343.4 Abs = 0.331
- Peaks of SP7
- 276.3 Abs = 0.389
- 337.6 Abs = 0.397

Gambar 3. Spektrum UV Hasil Isolasi Flavonoid dengan Pereaksi  $\text{NaOAc}$  dan  $\text{H}_3\text{BO}_3$ .



Gambar 4. Spektrum IR Flavonoid Hasil Isolasi



Gambar 5. Struktur 5, 4' - dihidroksiflavinon

#### SIMPULAN DAN SARAN

Dari isolasi dua kilogram daun tanaman saripati (*Clerodendron infortunatum* Linn) berhasil diperoleh senyawa flavonoid sebanyak 70 mg (0,009% dari berat basah). Senyawa ini dalam bentuk padatan berupa plat dengan warna kuning pucat, meleleh pada 289 – 291 °C, Rf 0,595 dengan pengelusi heksana : etilasetat (1 : 1). Berdasarkan hasil analisa data spectrum UV – VIS dan IR flavonoid hasil isolasi diperkirakan adalah 5, 4<sup>1</sup> – dihidroksiflavinon (aglikon flavon).

#### DAFTAR RUJUKAN

- Achari, B., C.R. Saha, P.K. Dutta, S.C. Pakraski. (1992). A new Clerodane Diterpen from *Clerodendron interme*, **J, Phytochemistry**, 31, (1), 38-40
- Bor, N.L and Raizoda N.B. (1954). **Some Beautiful Indian Climbers and Shrubs**. Bombay. Hal. 150
- Goswani. P.,J. Kotoky.Z.N.Chen, Y.Lu.(1996). A Sterol Glicosida from Leaves of *Clerodendron celebriookianum*, **Phytochemistry**, 41 (1), 279-281.
- Harbone, J.B. (1987). **Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisa Tumbuhan**. Edisi II. ITB. Bandung.
- Irma Mon, M. Husni Muckhtar, Amri Bakhtiar dan Dayar Arbain. (2000). Isolasi komponen Utama Fraksi Aktif Farmakologis Dari Tumbuhan Pitalo (*Clerodendron Siphonantus R. Br.*). **Andalas**. 12 (31). 85-93.
- Lu, G.W.,K.Miura,T.Yukimura and K.Yamamoto. (1994). Effect of Extract from *Clerodendron trichotomum* on Blood Pressure and renal Function in Rats and Dogs, **J, Ethnopharmacol.**, 42 (2), 77-82
- Marby,T.J.,K.R. Markham and M.B.Thomas. (1970). **The Systematic Identification of Flavonoids**, Springer-Verlag. New York, Heiderdeg. Berlin. Hal 81.
- Markham,K.R. (1998). **Techniques of Flavonoid Identification**, (Cara Mengidentifikasi Flavonid), Terjemahan oleh K.Padmawinata. penerbit ITB. Bandung. Hal.39.
- Roy, R.,V.B.Pandery. (1994). A chalcone Glicosida from *Clerodendron phlomidis*, **Phytochemistry**. Oxford, 37 (6), 1775-1776.

Achari, B., C.R. Saha, P.K. Dutta, S.C. Pakraski. (1992). A new Clerodane Diterpen from *Clerodendron interme*,