

ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA ANTIOKSIDAN DARI FRAKSI DIKLOROMETANA BULBUS BAWANG DAYAK (*Eleutherine americana* Merr.)

by Maria Dewi Astuti

Submission date: 24-Dec-2021 05:33AM (UTC+0200)

Submission ID: 1735409141

File name: Artikel_lengkap_Semirata_MariaUnlam_2011.docx (37.8K)

Word count: 1756

Character count: 11028

ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA ANTIOKSIDAN DARI FRAKSI DIKLOROMETANA BULBUS BAWANG DAYAK (*Eleutherine americana* Merr.)

Maria Dewi Astuti¹, Evi Mintowati Kuntorini²

¹ Program Studi Kimia FMIPA Unlam

Email: md_astuti@yahoo.com

² Program Studi Biologi FMIPA Unlam

ABSTRAK

17

Telah dilakukan isolasi dan karakterisasi salah satu senyawa dari fraksi diklorometana bulbus bawang dayak (*Eleutherine americana* Merr.). Diperoleh isolat berupa kristal tak berwarna sebanyak 50 mg melalui pemisahan secara kromatografi vakum cair. Berdasarkan data spektroskopi ultraviolet-sinar tampak, spektroskopi inframerah, spektroskopi ¹H-NMR dan ¹³C-NMR serta dibandingkan dengan data literatur maka dapat diketahui isolat merupakan senyawa turunan naftalena yaitu eletherol. Hasil uji aktivitas antioksidan berdasarkan metode DPPH memberikan nilai IC₅₀ sebesar 55,00 ppm.

Kata kunci: *Eleutherine americana* Merr., turunan naftalen, antioksidan

ISOLATION AND CHARACTERIZATION OF ANTIODIDANT COMPOUND FROM DICHLOROMETHANE FRACTION OF Eleutherine americana Merr. BULBS.

In this research, we have isolate and characterize an antioxidant compound from the dichloromethane fraction of Eleutherine americana Merr. Bulbs. The isolate obtained as 50 mg colorless crystals by vacuum liquid chromatography to separate it. The isolated substances were analyzed using ultraviolet-visible spectroscopy, infrared spectroscopy, ¹H-NMR and ¹³C-NMR spectroscopy. Results of analysis, it can be confirmed that the substance isolated in this research is a naphthalene derivative compound known as eletherol. Antioxidant activity test based on DPPH method gave IC₅₀ 55.40 ppm.

Keywords: *Eleutherine americana* Merr., naphthalene derivative, antioxidant

PENDAHULUAN

Bawang dayak (*Eleutherine americana* Merr.) merupakan salah satu tanaman yang berkhasiat obat. Tumbuhan ini termasuk dalam famili Iridaceae yang terdiri dari 90 genus dan 1200 spesies (Schulthes & Raffauf, 1990). Bulbus bawang dayak dimanfaatkan sebagai obat kanker payudara oleh masyarakat lokal Kalimantan, selain itu juga dapat digunakan mengatasi gangguan penyakit jantung, meningkatkan daya tahan tubuh, sebagai antiinflamasi, antitumor serta dapat menghentikan pendarahan (Saptowaluyo 2007; Sa'roni *et al.*, 1987). Berbagai

bioaktivitas yang ditunjukkan oleh bawang dayak tentu saja berkaitan dengan senyawa metabolit sekunder yang terdapat pada bawang dayak tersebut.

Bulbus tumbuhan genus Eleutherine diketahui mengandung senyawa metabolit sekunder terutama golongan naftokuinon (Alves *et al.*, 2003;), senyawa glikosida aromatik (Shibuya *et al.*, 1997) dan turunan naftalena (Chen *et al.*, 1986; Hara *et al.*, 1997). Banyak senyawa turunan naftokuinon diketahui memiliki bioaktivitas sebagai antikanker maupun antioksidan, selain itu dapat digunakan sebagai antimikroba, antifungal, antiviral dan antiparasit (Babula *et al.*, 2005; Robinson, 1995; Herbert, 1995).

Penelitian yang kami lakukan sebelumnya menunjukkan bahwa fraksi diklorometana memiliki aktivitas antioksidan yang paling baik dibandingkan dengan fraksi *n*-heksana, etilasetat, dan etanol-air (Astuti & Kuntorini, 2011). Pada penelitian tersebut belum diketahui senyawa-senyawa yang terkandung pada fraksi tersebut. Oleh sebab itu perlu dilakukan isolasi lebih lanjut terhadap senyawa yang terdapat pada fraksi diklorometana.

METODE PENELITIAN

Alat dan bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini meliputi bulbus bawang dayak, etanol, metanol, *n*-heksana, diklorometana, etilasetat, DPPH (1,1-difenilpikrilhidrazil) (Sigma-Aldrich), asam askorbat (Sigma-Aldrich), akuades, silika gel 60 GF₂₅₄, dan plat KLT silika gel F₂₅₄. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi spektofotometer Shimadzu UV-Pharmaspeck 1700, spektrometer FTIR Shimadzu type IR Prestige-21, Jeol type ECA 500 ¹H-NMR dan ¹³C-NMR, *rotary vacum evaporator* merk Buchi, oven merk Mammert type U 40, alat maserasi, alat destilasi, blender merk National, neraca analitik Ohaus Item no. E 121 40, penangas air, dan seperangkat alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium.

PROSEDUR

Preparasi sampel

Bulbus bawang dayak dikumpulkan, dibersihkan dan dikeringanginkan, lalu dihaluskan dengan blender sampai menjadi serbuk kasar.

Isolasi

Serbuk kasar bulbus bawang dayak (1300 g) dimaserasi menggunakan pelarut etanol (3 x 24 jam). Maserasi diulang hingga 5x. Ekstrak etanol dipekatkan dengan *rotary vacum evaporator* bertekanan rendah hingga diperoleh ekstrak padat. Ekstrak padat dilarutkan dengan etanol-air kemudian dilakukan partisi dengan pelarut *n*-heksana sehingga diperoleh fraksi *n*-heksana dan fraksi etanol-air. Fraksi etanol-air dipartisi dengan pelarut diklorometana sehingga diperoleh fraksi etanol-air dan fraksi diklorometana. Selanjutnya fraksi diklorometana difraksinasi dengan metode kromatografi vakum cair (KVC) menggunakan elusi bergradien *n*-heksana-diklorometana. Pada fraksi nomor 32-36 ditemukan kristal. Selanjutnya dilakukan rekristalisasi menggunakan pelarut etilasetat diperoleh isolat berupa kristal tak berwarna sebanyak 50 mg.

Karakterisasi senyawa

Isolat dikarakterisasi dengan spektrometer ultraviolet *visible* (UV-Vis), spektrometer inframerah (IR), spektrometer ^1H dan ^{13}C -NMR dan perbandingan data dengan literatur.

Uji Aktivitas Antioksidan

Isolat dibuat dalam beberapa konsentrasi yaitu 10, 30, 50 dan 70 ppm sebanyak masing-masing 10 ml. Ke dalam masing-masing larutan ditambahkan 1 ml larutan DPPH 1 mM dan diinkubasi pada suhu ruang selama 30 menit, selanjutnya diukur pada panjang gelombang 515 nm. Sebagai blanko digunakan metanol dan DPPH 1mM. Untuk perbandingan digunakan asam askorbat (konsentrasi 2, 3, 4, 5 ppm) dan dilakukan perlakuan yang sama.

Persen penghambatan =

$$\frac{A \text{ blanko} - A \text{ sampel}}{A \text{ blanko}} \times 100\%$$

A blanko = serapan radikal DPPH 1mM

A sampel = serapan radikal DPPH 1mM setelah diberi perlakuan sampel

Selanjutnya dibuat grafik antara konsentrasi sampel (x) dengan persen penghambatan (y).

Nilai IC₅₀ dihitung berdasarkan persamaan regresi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Spektra UV isolat dalam metanol menunjukkan λ_{maks} 225, 245, 313 dan 365 nm. Dari pola spektra UV menunjukkan adanya transisi elektronik dari orbital $\pi-\pi^*$ yang khas untuk senyawa aromatis. Adanya cincin aromatis pada isolat didukung oleh data spektra inframerah

yaitu adanya vibrasi C=C aromatis pada ν_{maks} 1606,08; 1516,05 dan 1454,33 cm⁻¹, serta vibrasi =C-H pada ν_{maks} 3062,96 cm⁻¹. Spektra inframerah juga menunjukkan adanya vibrasi untuk gugus karbonil ester pada 1759,08 cm⁻¹ dan gugus OH pada 3352,28 cm⁻¹. Terdapat pula vibrasi khas untuk –C-H pada ν_{maks} 2983,88; 2937,59; dan 2910,58 cm⁻¹.

Spektra ¹H-NMR menunjukkan adanya kelompok-kelompok sinyal yang terdiri atas 12 proton. Terdapat sinyal-sinyal khas untuk 3 proton aromatis posisi berdampingan pada (δ H (ppm): 6,94 (1H,d, $J=8,4$ Hz); 7,40 (1H,t, $J=8,4$ Hz); 7,58 (1H,d, $J=8,4$ Hz), proton aromatis yang tidak bertetangga proton pada pergeseran kimia 7,88 (1H,s). Spektra ¹³CNMR memperlihatkan terdapat 10 karbon aromatis (Csp²) dengan 2 karbon merupakan karbon oksiaril (δ C (ppm): 156,7; 149,3; 137,3; 128,0; 126,8; 126,0; 123,8; 117,6; 116,6 dan 106,4). Dari data-data ini dapat disarankan bahwa isolat memiliki kerangka naftalen tetrasubstitusi.

Spektra ¹HNMR menunjukkan adanya sinyal khas untuk proton metoksi (OCH₃) pada pergeseran kimia 4,11 (3H,s) dan proton OH pada pergeseran kimia 9,65 (1H,s). Data data ini memperkuat adanya karbon oksiaril pada isolat. Selain itu, terdapat pula proton alifatis CH₃ pada pergeseran kimia 1,75 (3H,d, $J=6,8$ Hz) dan CH pada pergeseran kimia 5,73 (1H,k, $J=6,9$ Hz). Spektra ¹³C-NMR memperlihatkan adanya karbonil pada pergeseran kimia 170,7; terdapat karbon alifatis (Csp³): CH (77,6), CH₃ (19,3) dan OCH₃ (56,6).

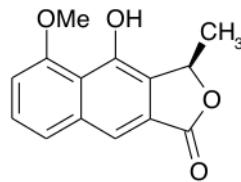
Berdasarkan data-data di atas maka dapat diperkirakan bahwa isolat merupakan senyawa aromatis dengan kerangka naftalena, tersubstitusi oleh gugus OH, OCH₃, karbonil dan Csp³. Untuk meemperkuat dugaan tersebut maka dilakukan pula penelusuran literatur terhadap senyawa-senyawa yang telah diisolasi dari genus *Eleutherine*. Perbandingan pergeseran kimia proton isolat dengan senyawa pembanding dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan pergeseran kimia proton isolat dengan senyawa pembanding

Eleutherol	Isolat
1,66 (3H, d, $J=6,5$ Hz)	1,75 (3H, d, $J=6,8$ Hz)
4,04 (3H, s)	4,11 (3H, s)
5,63 (1H, k, $J=6,5$ Hz)	5,73 (1H, k, $J=6,9$ Hz)
6,83 (1H, d, $J=7$ Hz)	6,94 (1H, d, $J=8,4$ Hz)
7,33 (1H, t, $J=7$ Hz)	7,40 (1H, t, $J=8,4$ Hz)
7,47 (1H, d, $J=7$ Hz)	7,58 (1H, d, $J=8,4$ Hz)
7,76 (1H, s)	7,88 (1H, s)

9,52 (1H, s)	9,65 (1H, s)
--------------	--------------

Tabel 1 menunjukkan bahwa data pergeseran kimia isolat memiliki kemiripan dengan senyawa turunan naftalen eleutherol yang diisolasi dari *E. americana* berasal dari Cina (Chen *et al.*, 1986). Hara *et al.* (1997) juga melaporkan bahwa telah diisolasi isoeleutherol dari *E. americana* asal Indonesia yang merupakan enantiomer dari eleutherol. Eleutherol dan isoeleutherol memiliki data spektra yang sama (Hara *et al.*, 1997). Data fisik eleutherol yaitu kristal tak berwarna, $[\alpha]_D^{23} + 83^\circ$, noda berwarna ungu di bawah lampu UV 365 nm (Chen *et al.*, 1986) sedangkan data fisik isoeleutherol yaitu kristal coklat, titik leleh 202-203°C, $[\alpha]_D^{23} - 60,5^\circ$ (Hara *et al.*, 1997). Berdasarkan uraian diatas, dilihat dari data spektra dan kristal isolat yang tak berwarna maka dapat disimpulkan bahwa isolat merupakan eleutherol.



Gambar 1. Struktur eleutherol (Chen *et al.*, 1986).

Aktivitas antioksidan isolat berdasarkan metode DPPH dinyatakan dalam nilai IC_{50} , dapat dilihat pada Tabel 2.

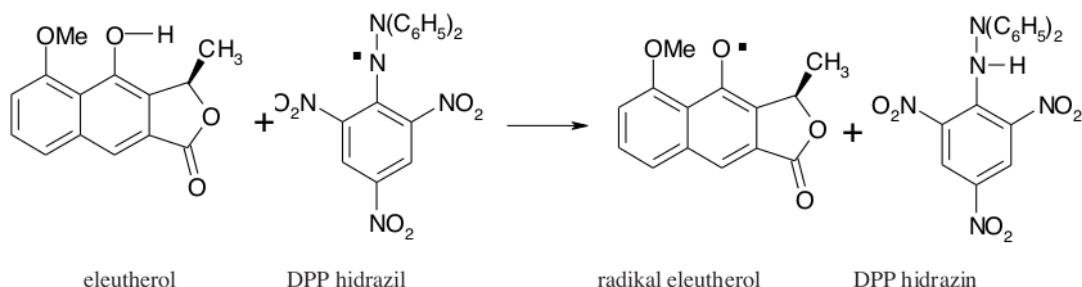
[11]

Tabel 2. Nilai IC_{50} isolat dan asam askorbat

Sampel	Konsentrasi (ppm)	Persen Peng-hambatan (%)	Persamaan regresi	IC_{50} (ppm)
Isolat	10	19,65	$Y = 0,6265x$	
	30	35,40	+ 15,292	
	50	49,73	$R^2 = 0,9735$	
	70	56,64		55,40
Asam askorbat	2	19,29	$Y = 12,047x$	
	3	32,40	- 4,6097	
	4	42,42	$R^2 = 0,9967$	
	5	56,11		4,53

Nilai IC₅₀ isolat sebesar 55,40 ppm. Jika dibandingkan dengan nilai IC₅₀ senyawa pembanding asam askorbat sebesar 4,53 ppm maka isolat memiliki aktivitas antioksidan lebih lemah dari asam askorbat.

Kemampuan aktivitas antioksidan isolat didasarkan pada kemampuan senyawa eleutherol dalam mendonorkan radikal hidrogen pada radikal bebas DPP hidrazil sehingga terbentuk DPP hidrazin dan radikal eleutherol, seperti terlihat pada Gambar 2. Selanjutnya radikal eleutherol dapat terstabilkan oleh struktur resonansi.



- Alves, T.M.A., Helmut, K., Carlos, L.Z. 2003. Eleutherinone a Novel Fungitoxic Naphtoquinone from *Eleutherine bulbosa* (Iridaceae). *Mem Inst. Oswaldo Cruz, Rio de Janeiro*. Vol 98 (5): 709-712

- 2
- Astuti, M.D & E.M, Kuntorini. 2011. Aktivitas Antioksidan Ekstrak dan Fraksi-Fraksi Dari Ekstrak Etanol Bulbus Bawang Dayak (*Eleutherine americana* Merr.). Prosiding Seminar Nasional Kimia Universitas Negeri Surabaya
- 18
- Babula, P., R. Mikelova, D. Patesil, V. Adam, R. Kizek, L. Havel, and Z. Sladky. 2005. Simultaneous Determination of 1,4 Naphtoquinones, Lawsone, Juglone and Plumbagin by Liquid Chromatography with UV Detection. *Biomed paper.* 149 (1) 25
- 9
- Chen Z, Huang H, Wang C, Li Y, Ding J, Sankawa U, Noguchi H, Iitaka Y. 1986. Hongconin, a New Naphthalene Derivative from Hong-Cong, the Rhizome of *Eleutherine americana* Merr. et Heyne (Iridaceae). *Chem Pharm Bull.* 34 (7) 2743-2746
- 8
- Hara, H., Maruyama, N., Yamashita, S., Hayashi, Y., Lee, K.H., Bastow, K.F., Chairul, Marumoto, R., Imakura, Y. 1997. Elecanacin, a Novel New Naphthoquinon from The Bulg of *Eleutherine americana*. *Chem. Pharm. Bull.* Vol 45 no 10 pp 1714-1716.
- Herberth, R.B. 1995. *Biosintesis Metabolit Sekunder.* Edisi II. Terjemahan B. Srigando. Chapman and Hall, London.
- 13
- Robinson, T. 1995. *Kandungan Organik Tumbuhan Tinggi.* Penerbit ITB Bandung.
- Saptowaluyo, C.A. 2007. *Bawang Dayak. Tanaman Obat Kanker yang belum tergarap.* <http://www.kompas.com>
- 7
- Sa'roni, P. Nurendah, Adjirni. 1987. *Penelitian Efek Antiimflamasi Beberapa Tanaman Obat pada Tikus Putih.* Makalah Kongres Nasional VIII 8-10 Oktober, Purwokwokerto.
- 5
- Schulthes, R.E. & R.F. Raffauf. 1990. *The Healing Forest. Medicinal and Toxic Plants of The Northwest Amazonia.* Dioscorides Press, Portland US.
- Shibuya, H., T. Fukushuwa, K. Ohashi, A. Nakamura, S. Riswan dan I. Kitagawa. 1997. Indonesian Medicinal Plants.XX.Chemical Structures of Eleuthosides A, B and C, Three New Aromatic Glucosides from the Bulbs of *Eleutherine palmifolia* (Iridaceace). *Chem, Pharm. Bull.* Vol.45, No.7

ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA ANTIOKSIDAN DARI FRAKSI DIKLOROMETANA BULBUS BAWANG DAYAK (*Eleutherine americana* Merr.)

ORIGINALITY REPORT



PRIMARY SOURCES

1	Submitted to McMaster University Student Paper	1 %
2	kepegawaian.its.ac.id Internet Source	1 %
3	skripsi-skripsiun.blogspot.com Internet Source	1 %
4	jurnal.untad.ac.id Internet Source	1 %
5	www-personal.umich.edu Internet Source	1 %
6	docobook.com Internet Source	1 %
7	Submitted to Universitas Negeri Surabaya The State University of Surabaya Student Paper	1 %
8	jglobal.jst.go.jp Internet Source	1 %

9	openbooks.ifmo.ru Internet Source	1 %
10	M. Martínez García, A. Tlapanco Ochoa, F. Lara-Ochoa, R. Cruz-Almanza. "QUINUCLIDINE DERIVATIVES IN CYCLOADDITION REACTIONS WITH FULLERENES [60]- AND [70]-", Fullerene Science and Technology, 2001 Publication	1 %
11	Submitted to Sriwijaya University Student Paper	1 %
12	repository.uhamka.ac.id Internet Source	1 %
13	dessdonndinn.wordpress.com Internet Source	1 %
14	jurnal.unej.ac.id Internet Source	1 %
15	media.neliti.com Internet Source	<1 %
16	Siti Hamdanah, Syariful Anam, Jamaluddin Jamaluddin. "ISOLASI DAN IDENTIFIKASI SENYAWA FLAVONOID DARI EKSTRAK ETANOL BUAH BELIMBING WULUH (<i>Averrhoa bilimbi</i> L.) DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS", Jurnal Farmasi Galenika (Galenika Journal of Pharmacy) (e-Journal), 2015 Publication	<1 %

17	www.onesearch.id Internet Source	<1 %
18	www.shd.org.rs Internet Source	<1 %
19	yurichocoru.wordpress.com Internet Source	<1 %

Exclude quotes Off

Exclude bibliography Off

Exclude matches Off