

## Senyawa Katekin (Flavonoid) dari Kulit Batang *Chisocheton balancae* C.DC (Meliaceae)

Dewa G. Katja<sup>1)</sup>, Sisilia A. Mantiri<sup>1)</sup>, Max R.J. Runtuwene<sup>1)</sup>,  
Unang Supratman<sup>2,3)</sup>, Erina Hilmayanti<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Universitas Samratulangi, Manado, 95115, Indonesia

<sup>2)</sup>Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Universitas Padjadjaran, Jatinangor 45363, Jawa Barat, Indonesia

<sup>3)</sup>Laboratorium Sentral, Universitas Padjadjaran, Jatinangor, 45363,  
Jawa Barat, Indonesia

e-mail: dewakatja@unsrat.ac.id

### ABSTRAK

Senyawa katekin (flavonoid) dengan rumus molekul  $C_{15}H_{14}O_6$  telah diisolasi dari kulit batang *chisocheton balancae* C.DC (Meliaceae). Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan senyawa katekin (flavonoid). Sampel dimaserasi dengan metanol dan dipartisi dengan pelarut etil asetat. Hasil partisi etil asetat dipisahkan dengan teknik kromatografi dan dihasilkan isolat murni berupa kristal berwarna putih (5,5 mg) dengan titik leleh 175-177°C dengan serapan maksimum pada panjang gelombang 280,30 nm. Struktur kimia senyawa katekin diidentifikasi dari data-data spektroskopi meliputi <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR dan DEPT 135°, serta perbandingan dengan data spektroskopi yang diperoleh dari literatur. Hasilnya menunjukkan bahwa kulit batang *Chisocheton balancae* C.DC (Meliaceae) merupakan senyawa katekin (flavonoid).

**Kata kunci:** *Chisocheton balancae* C.DC; katekin ; meliaceae

## Catechin Compound (Flavonoid) from *Chisocheton balancae* C.DC (Meliaceae) Bark

### ABSTRACT

A catechin compound (flavonoid) with the molecular formula  $C_{15}H_{14}O_6$  has been isolated from *Chisocheton balancae* C.DC (Meliaceae) bark. This study aims to determine the chemical structure of catechins (flavonoids). The sample is macerated with methanol and partitioned with *ethyl acetate* as solvent. The results of the partitioning of ethyl acetate were separated by chromatographic techniques and pure isolates were produced in the form of white crystals (as much as 5.5 mg) with a melting point of 175-177°C and maximum absorption at a wavelength of 280,30 nm. The chemical structure of catechin compound was identified on the basis of spectroscopic data including <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR and DEPT 135° as well as comparison with spectroscopic data obtained from the literature. The results shows that the bark of *Chisocheton balancae* C.DC (Meliaceae) contained catechin compound.

**Keywords:** Catechin; meliaceae; *Chisocheton balancae* C.DC

(Article History: Received 10-09-2021; Accepted 18-10-2021; Published 20-10-2021)

### PENDAHULUAN

Indonesia merupakan Negara kepulauan yang terletak di garis khatulistiwa dan mempunyai hutan terbesar kedua di dunia. Berdasarkan hal tersebut, Indonesia kaya akan sumber daya alam hayati yang melimpah, karena memiliki curah hujan, kelembaban dan sinar matahari yang cukup (Heyne, 1987).

Tumbuhan *Chisocheton balancae* C.DC adalah salah satu spesies dari genus *Chisocheton* yang terdistribusi secara luas di

daerah tropis dan subtropis seperti Nepal, India, Bhutan, Myanmar, Indo-China, Thailand, Malaysia dan Papua Nugini (Vossen & Umali, 2002). *Chisocheton* pada umumnya sering ditemukan di dataran rendah hutan hujan tropis dan beberapa spesies tumbuhan ini secara tradisional telah digunakan sebagai racun untuk penangkapan ikan, obat pencuci perut, dan memiliki sifat berbau khas (tengik) serta susah dikeringkan (Lim, 2008).

Katekin (*flavonoid*) merupakan senyawa polifenol yang memiliki 15 atom karbon yang tersusun dengan konfigurasi C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> dan kerangka karbonnya terdiri dari dua gugus C<sub>6</sub> (cincin benzena tersubstitusi) dan disambungkan dengan tiga atom karbon alifatik (Wang *et al.*, 2018). Studi fitokimia tumbuhan genus *chisocheton* memiliki kandungan senyawa metabolit sekunder seperti seskuiterpenoid (Phongmaykin *et al.*, 2008), triterpenoid (Supratman *et al.*, 2019), limonoid (Muhamad *et al.*, 2009), steroid (Katja *et al.*, 2017) dan fenolik (Nurlelasari *et al.*, 2014; Katja *et al.*, 2015).

Berdasarkan penelusuran jurnal genus tumbuhan *chisocheton*, telah dilaporkan dan menghasilkan senyawa aktif yang bersifat antikanker, sitotoksik, antitumor, antiinflamasi, antimalaria, antimikroba, antilipid dan apoptosis (Wong *et al.*, 2011; Mohamad *et al.*, 2008; Yang *et al.*, 2009; Awang *et al.*, 2012; Najmuldeen *et al.*, 2012). Senyawa aktif yang diisolasi dari genus *Chsocheton* adalah ceramicin A, merupakan golongan limonoid baru yang diisolasi dari kulit batang *C. ceramicus*, beraktivitas sitotoksik terhadap sel murin leukemia P-388 (Mohammad *et al.*, 2008). Senyawa triterpenoid yang diisolasi dari daun *C. macrophyllus* memiliki aktivitas antitumor EBV-EA (Inada *et al.*, 1993). Ceramicin B merupakan senyawa limonoid yang diisolasi dari kulit batang *C. ceramicus* memiliki aktivitas antilipid (Wong *et al.*, 2014). Senyawa malayanin A dan malayanin B, merupakan senyawa limonoid yang diisolasi dari kulit batang *C. erythrocarpus* Hiern, mempunyai aktivitas antimalaria dan insektisida (Awang *et al.*, 2012). Senyawa 7 $\alpha$ -hidroksi- $\beta$ -sitosterol, diisolasi dari kulit batang *C. tomentosus* yang beraktivitas apoptosis (Najmuldeen *et al.*, 2012). Penelitian ini bertujuan mengisolasi dan identifikasi struktur senyawa katekin (suatu flavonoid) dengan rumus molekul C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>.

## METODE PENELITIAN

### Umum

Peralatan titik leleh Fisher-John, rotary evaporator R-200 Buchii dengan pompa vacuum Vac V-500 Buchii, penangas air B-490 Buchii, kolom kromatografi terbuka berbagai ukuran, lampu UV Vibert loumart ( $\lambda$  254 nm dan  $\lambda$  365 nm) spektrofotometer FTIR One

Perkin Elmer pada KBr. Spektra <sup>1</sup>H-NMR dan <sup>13</sup>C-NMR dengan spektrometer JEOL JNM ECA-500. Silika gel G<sub>60</sub> (70-230 mesh dan 200-400 mesh, Merk), silika gel GF<sub>254</sub> (Merk, 0,25 mm) untuk kromatografi lapis tipis, pereaksi penampak noda 10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dalam etanol.

### Bahan tumbuhan

Kulit batang tumbuhan *Chisocheton balancae* C.DC diperoleh dari Gunung Soputan Noongan Tiga, Langowan Barat, Kabupaten Minahasa, Sulawesi Utara. Tumbuhan ini dideterminasi di Laboratorium Taksonomi Tumbuhan, Departemen Biologi Universitas Padjadjaran Bandung.

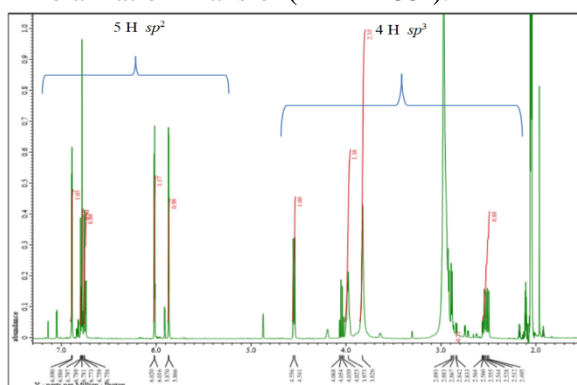
### Ekstraksi dan Isolasi.

Kulit batang tumbuhan *Chisocheton balancae* C.DC (1,5 kg) kering dilahalkan, diekstraksi menggunakan metode maserasi (ekstrak padat-cair) dengan pelarut metanol pada suhu ruangan. Fraksi metanol dipekatkan dengan rotary evaporator sehingga diperoleh ekstrak pekat metanol (157,5 g). Ekstrak pekat metanol ini selanjutnya dilarutkan dalam 450 mL aquades lalu dipartisi dengan pelarut *n*-heksan, etil asetat dan *n*-butanol. Ekstrak pekat hasil partisi etil asetat (45,4 gram) selanjutnya dipisahkan dengan metode kromatografi cair vakum (KCV) menggunakan fasa diam silika gel G<sub>60</sub> (2300-400 mesh) dan fasa gerak campuran pelarut *n*-heksana-etil asetat (bergradien 20%) dan etil asetat-metanol yang dielusikan bertahap secara bergradien 10% sehingga diperoleh 6 fraksi (A-F). Fraksi C (5,82 g) dipisahkan dengan kromatografi kolom pada silika gel G<sub>60</sub> (230-400 mesh) dengan sistem pelarut *n*-heksana-etil asetat-metanol bergradien (bergradien 5%) sehingga diperoleh 14 fraksi gabungan (C1-C14). Selanjutnya fraksi C9 (334 mg) dipisahkan dengan kromatografi kolom pada silika gel G<sub>60</sub> (230-400 mesh) dengan sistem pelarut *n*-heksana-diklorometana-aseton (6:2:2) dan diperoleh 7 fraksi gabungan (C9A-C9G). Selanjutnya fraksi C9D (95,5 mg) dipisahkan dengan kromatografi kolom pada silika gel G<sub>60</sub> (230-400 mesh) dengan sistem pelarut kloroform-metanol (9:1) dan dihasilkan isolat **1** berbentuk padatan, selanjutnya direksistalisasi dengan metanol diperoleh isolat berbentuk kristal berwarna putih kekuningan sebanyak 5,5 mg. Setiap tahapan pemisahan dipantau dengan kromatografi lapis tipis dibawah sinar

UV ( $\lambda$  254 nm dan  $\lambda$  365 nm). Isolat murni tersebut diidentifikasi strukturnya berdasarkan data-data spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$ ,  $^{13}\text{C-NMR}$ , *Distortionless Enhancement by Polarization Transfer* (DEPT)  $135^\circ$  dan ditetapkan sebagai senyawa katekin.

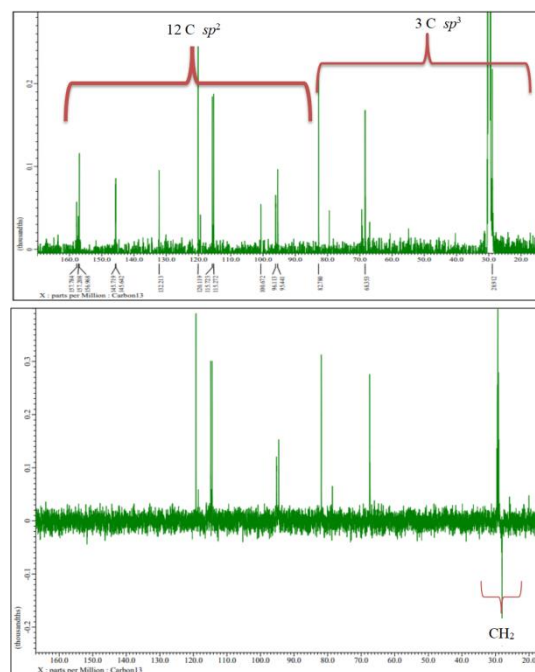
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi dengan Spektroskopi *Hydrogen Magnetic Resonance* atau *Proton Nuclear Magnetic Resonance* ( $^1\text{H-NMR}$ ), *Carbon Nuclear Magnetic Resonance* ( $^{13}\text{C-NMR}$ ), *Distortionless Enhancement by Polarization Transfer* (DEPT  $135^\circ$ ).



**Gambar 1.**  $^1\text{H-NMR}$  Spectrum (500 MHz, Acetone- $\text{d}_6$ )

Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  isolat Gambar 1 menunjukkan adanya sinyal  $\delta$  4,54 (1H, d,  $J=7,5$  Hz), 3,99 (1H, dd,  $J = 7.9$ , dan 4,5), 2,52 (1H, dd,  $J = (5,0$  dan 16,0 ), 2,90 (1H, dd,  $J = 8,0$  dan 16,0) yang merupakan karakteristik suatu flavan-3-ol. Masing-masing uncut resonansi proton H-2, H-3, H-4 $\alpha$  dan H-4. Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  juga menunjukkan adanya dua sinyal  $\delta$  5,87 (1H, d,  $J= 2,0$ ) dan 6,88 (1H, d,  $J= 2,0$ ) yang masing-masing untuk proton H-6 dan proton H-8 pada cincin A, yang berorientasi-*meta*. Selain itu spektum ini juga menunjukkan tiga sinyal pada  $\delta$  6,78 (1H, d,  $J= 1,5$ ), 6,79 (1H, d,  $J= 8,0$ ), dan 6,74 (1H, d,  $J= 1,5$ ) yang masing-masing untuk proton aromatik H-2', H-5' dan H-6' pada cincin B.



**Gambar 2.**  $^{13}\text{C-NMR}$  Spektrum (125 MHz, Acetone- $\text{d}_6$ ) dan Spektrum DEPT  $135^\circ$

Berdasarkan Gambar 2, spektrum  $^{13}\text{C-NMR}$  dengan diperinci DEPT  $135^\circ$  menunjukkan adanya 15 atom karbon yang terdiri dari satu metilen, dua karbon  $\text{sp}^3$  teroksigenasi, lima karbon  $\text{sp}^2$ , dua karbon kuartener  $\text{sp}^2$ , lima carbon kuartener  $\text{sp}^2$  teroksigenasi yang yang diduga merupakan gugus hidroksil. Satu sinyal metilen pada  $\delta$  28,9 (C-4). Dua sinyal karbon  $\text{sp}^3$  teroksigenasi pada  $\delta$  82,5 (C-2) dan 68,3 (C-3). Lima sinyal karbon metin  $\text{sp}^2$  pada  $\delta$  96,1 (C-6), 95,4 (C-8), 115,2 (C-2'), 115,7 (C-5'), dan 120,1 (C-6'). Dua sinyal karbon kuartener  $\text{sp}^2$  pada  $\delta$  100,6 (C-10) dan 132,1 (C-1'). Terdeteksi ada lima sinyal karbon kuartener  $\text{sp}^2$  yang diduga terikat dengan gugus hidroksil, yaitu  $\delta$  156,9 (C-5), 156,3 (C-7), 157,7 (C-9), 145,7 (C-3'), dan 145,6 (C-4').

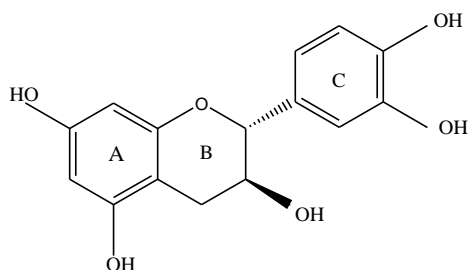
Pada Spektrum  $^{13}\text{C-NMR}$  dengan diperinci DEPT  $135^\circ$  memperlihatkan ketiga atom karbon  $\text{sp}^3$  yang beresonansi pada  $\delta$  82,5 , 68,3 , dan 28,9 yang masing-masing adalah C-2(-CH-O-), C-3 (-CH-O-), dan C-4(-CH<sub>2</sub>-) yang menunjukkan suatu struktur flavan-3-ol. Untuk 12 carbon  $\text{sp}^2$  menunjukkan adanya geseran untuk senyawa aromatik.

Kajian literatur dilakukan untuk memperkuat dugaan struktur senyawa dengan cara membandingkan data spektroskopi isolat

1 dengan flavonoid yang memiliki pergeseran kimia relatif serupa. Pergeseran kimia Isolat 1 memiliki kemiripan dengan pergeseran kimia senyawa katekin yang berhasil diisolasi dari spesies yang sama yaitu *Chisocheton pentandrus* (Supriatno *et al.*, 2017) yang dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Perbandingan data NMR Isolat 1 dengan Epikatekin (Supriatno *et al.*, 2017)

Position	Katekin		Isolat 1		Epi Katekin	
	<sup>13</sup> C δc ppm	<sup>1</sup> H δH ppm (ΣH, mult, J=Hz)	<sup>13</sup> C δc ppm	<sup>1</sup> H δH ppm (ΣH, mult, J=Hz)	<sup>13</sup> C δc ppm	<sup>1</sup> H δH ppm (ΣH, mult, J=Hz)
2	81,5	4,41 (1H,d, J = 7,8)	82,5	4,54 (1 H,d, J =7,5)	78,5	4,66(1 H,d=1,6
3	67,5	3,38(1H, dd, J = 7,8;5,5)	68,3	3,99 (1H, dd, J = 7,9; 4,5)	66,1	4,03(1H,dd, J=
4	27,2	2,70 (1H, dd, J = 8,3;16,3)	28,9	2,52 (1H,dd, J = (5,0; 16,0)	27,9	2,68(1H,dd, J= 4,5 ;16,1)
		2,37(1H, dd, J = 5,5;16,3)		2,90 (1H,dd, J = ( 8,0 ;16,0)		2,61 (1H,dd, J= 2,8;16,1)
5	156,7		156,9		156,5	
6	94,9	5,77 (1H,d, J = 2,1)	96,1	5,87 (1H,d, J=2,0)	95,0	5,78(1H,d, J = 2,1)
7	156,3		157,2		156,5	
8	94,2	5,76 (1H,d, J = 2,1)	95,4	6,88 (1H,d, J=2,0)	94,5	5,77(1H,d, J = 2,1)
9	156,0		157,7		156,0	
10	99,5		100,6		98,7	
1'	131,0		132,1		130,9	
2'	114,8	6,83 (1H,d, J = 1,7)	115,2	6,78 (1H,d, J= 1,5)	114,6	6,82(1H,d, J=1,8)
3'	144,9		145,7		144,9	
4'	144,4		145,6		144,6	
5'	113,9	6,61 (2H,d, J = 8,6)	115,7	6,79(2H,d, J= 8,0)	114,0	6,60 (2H, d, J=8,4)
6'	118,7	6,65 (1H, dd, J = 1,7; 8,6)	120,1	6,74 (1H,d, J= 1,5)	118,1	6,63(1H,dd, J=1,8;8,4)



**Gambar 3.** Struktur kimia senyawa katekin

Hasil interpretasi spektrum <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR dan data-data pembandingan Gambar 3, memiliki kemiripan pergeseran kimia dengan senyawa katekin.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis spektrum <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR dan data-data pembandingan, isolasi dari kulit batang *Chisocheton balacae* C.DC merupakan senyawa katekin (flavonoid).

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kami sampaikan Prof. Dr. M. Hanafi beserta staf pada Pusat Penelitian

Kimia Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong yang telah membantu pengukuran NMR. Terimakasih juga kami sampaikan kepada Kepala Laboratorium Sentral Prof. Dr. Unang Supratman, MS beserta staf Departemen Kimia FMIPA Universitas Padjadjaran Bandung yang telah mengizinkan bekerja untuk isolasi senyawa katekin.

## DAFTAR PUSTAKA

- Awang, K., Chong, L., Marthi, M.T., Mokhtar, R.M., Chan, G., Litaudon, M., Gueritte, F., & Mohamad, K. 2012. Malayanines A and B, two novel limonoids from *Chisocheton erythrocarpus* Hiern, *Tetrahedron Letters*, **53**: 5355-5359.
- Heyne. 1987. Tumbuhan Berguna Indonesia Jilid II. Terjemahan Badan Litbang Kehutanan Jakarta. Yayasan Sarana Warna Jaya, Jakarta.
- Inada, A., Sukemawa, M., Murata, H., Nakanishi, T., Tokuda, H., Nishino, H., Iwashima, Darnaedi, D., & Murata, J. 1993. Phytochemical studies on Maleaceous Plant. Part VII. Structures and Inhibitory Effects on Epstein-Barr Virus Activation of Triterpenoida from leaves of *Chisocheton macrophyllus* King. *Chem. Pharm. Bull.* **41(3)**: 617-619.
- Katja, D.G., Sonda, A.A., Harneti, D., Mayanti, T., & Supratman, U. 2015. 7-Hidroksi-6-Metoksi Kumarin (Skopoletin) dari Kulit Batang *Chisocheton celebicus* (Meliaceae). *Jurnal Kimia*, **9**: 1-4.
- Katja, D.G., Farabi, K., Nurlelasari, Harneti, D., Mayanti, T., Supratman, U., Awang, K., & Hayashi, H. 2017. Cytotoxic constituents from the bark of *Chisocheton cumingianus* (Meliaceae). *Journal of Asian Natural Products Research*, **19**: 194-200.
- Lim, C.S. 2008. Chemical Constituents of *Chisocheton erythrocarpus* hiern. Department of Chemistry Faculty of Science University, Malaya.

- Mohammad, K., Hirasawa, Y., Litaudon, M., Awang, K., Hadi, A.H.A., Takeya, K., Ekasari, K., Widyawaruyanti, A., Zaini, N.C., & Morita, H. 2009. Ceramicines B-D new antiplasmodium limonoids from *Chisocheton ceramicus*. *Bioorganic and Medicinal Chemistry*, **17**: 727-730.
- Mohamad, K., Hirasawa, Y., Lim, C.S., Awang, K., Hamid, A., Hadi, A., Takeya, K., & Morita, H. 2008. Ceramicines A and walsogyne A, novel limonoids from two species of Meliaceae. *Tetrahedron Letters*, **49**: 4276-4278.
- Najmuldeen, I.A., Ibrahim, A., Tasyriq, M., Lionel, L.A.I., Mohamad, K., Awang, K., & Hasima, N. 2012.  $7\alpha$ -hidroxy- $\beta$ -sitosterol from *Chisocheton tomentosus* Induces Apoptosis via Dysregulation of Cellular Bax/Bcl-2 Ratio and Cell Cycle Arrest by Downregulating ERK1/2 Activation. **Volume 2012**. Article ID 765316, 12 pages. DOI: 10.1155/2012/765316.
- Nurlelasari, Muflihah L.F., Wardoyo M.M., Harneti D., & Awang K. 2014. Senyawa 7-Hidroksi-6-Metoksi Kumarin yang bersifat Sitotoksik dari kulit batang *Chisocheton macrophyllus*. *Bionatural-Jurnal Ilmu-ilmu Hayati dan Fisik*, **16**: 69-72.
- Phongmaykin, Kumamoto, Ishikawa, Suttisri, & Saifah. 2008. A new sesquiterpene and other terpenoid constituents of *Chisocheton penduliflorus*. *Archives of pharmacal research*, **31**: 21-27.
- Supratman, U., Naibaho, W., Salam, S., Maharani, L., Hidayat, A.C., Harneti, D., Nurlelasari, & Shiono, Y. 2019. Cytotoxic triterpenoids from the bark of *Chisocheton patens Blume* (Meliaceae). *Phytochemistry Letters*, **30**: 81-87.
- Supriatno, Hidayat, A.T., Farabi, K., Abdullah, F.F., Nurlelasari, Herlina, T., Supratman, U., & Awang, K. 2017. Flavonoid from the stem bark of *Chisocheton pentandrus* (Meliaceae). *Jurnal Kimia Valensi*, **3**:122-126.
- Vossen, V.D.H.A.M., & Umali, B.E. (Editors). 2002. Plant resources of south-east Asia No. 14 vegetable oils and fats, Prosea Foundation, Bogor, Indonesia. 150.
- Wang, T.Y., Li, Q., & Bi, K.S. 2018. Bioactive Flavonoids in Medicinal Plants: Structure, activity and biological fate. *Asian Journal of Pharmaceutical Sciences*, **13**:12-23.
- Wong, C.P., Shimada, M., Nagakura, Y., Nugroho, A.E., Hirasawa, Y., Kaneda, T., Awang, K., Hamid, A., Hadi, A., Mohamad, K., Shio, M., & Morita, H. 2011. Ceramicines E-I, New imonoids from *Chisocheton ceramicus*. *Chem. Frm Bull*, **59**:407-411.
- Wong, C.P., Kaneda, T., Hamid, A., Hadi, A., & Morita, H. 2014. Ceramicine B. a limonoid with anti-lipid droplets accumulation activity from *Chisocheton ceramicus*. *J. Nat Med.*, **68(1)**:22-30. DOI: 10.1007/s11418-013-0755-2.
- Yang, M.H., Wang, J.S., Luo, J.G., Wang, X.B., and Kong, L.Y. 2009. Tetranortriterpenoids from *Chisocheton paniculatus*. *J. Prod.*, **72**: 2014-2018.