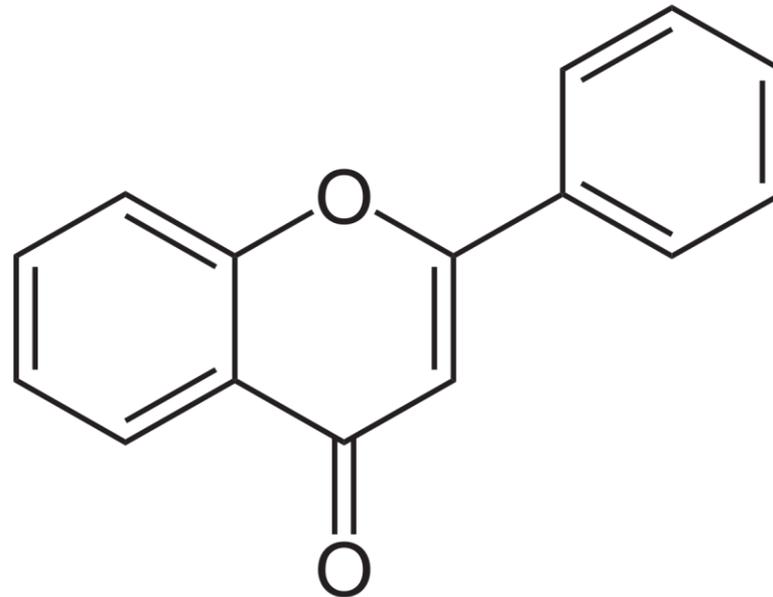


FLAVONOID



Diah Lia Aulifa., M.Si., Apt
Sani Nurlaela, M.Si., Apt
Hesti Riasari, M.Si., Apt (Siti Uswatun Hasanah, M.Si.,Apt)

PEMISAHAN FLAVONOID

Representative examples of LLE, SE and Soxhlet extraction procedures for flavonoids

Analytes	Solvent	Sample	Details	Analysis	Reference
Soxhlet					
Various flavonoids	MeOH	<i>M. spicata</i> , <i>T. europea</i> , <i>U. dioica</i> , <i>H.</i> <i>perforatum</i>	Extracted 12 h with methanol, evaporated, redissolved in phosphate buffer–methanol 80:20 (v/v)	GC–MS	[104]
Daidzein, genistein	MeOH–H ₂ O (9:1, v/v)	Soybean milk, farina, meat	1 h temperature programme up to 130 °C	LC–ED	[77]
Flavonoid-glycosides	EtOH–H ₂ O (7:3, v/v)	<i>Ginkgo biloba</i> leaves		LC–UV	[21]
LLE					
(–)-Epicatechin gallate, epigallocatechin gallate	EtOAc–H ₂ O (1:1, v/v)	Green tea	For analysis, EtAc–H ₂ O was used as the binary system	HSCCC	[111]
Epicatechin	Et ₂ O 0.1 M HCl (pH 2)	Olive oil		LC–UV and FLU	[70]
Scutellarin	EtOAc, 3% 1 M phosphoric acid	Rat plasma		LC–UV	[29]
Quercitrin	Et ₂ O 0.1 M HCl (pH 2)	Red wine	Dissolving dried extract in methanol–H ₂ O (1:1, v/v) improved separation efficiency	LC–UV	[164]
SE					
Epicatechin, catechin, rutin, apigenin, luteolin, quercetin	MeOH	<i>Ginkgo biloba</i> leaves	Dried leaves sonicated with 5 ml methanol for 30 min	CE–ED	[165]
Isoflavone and flavonol- glucoside-(di)malonates	MeOH–H ₂ O (9:1, v/v)	<i>T. pratense</i> , <i>T.</i> <i>dubium</i> ., <i>T. repens</i> , <i>L.</i> <i>corniculatus</i> leaves	Dried leaves ground with methanol–H ₂ O, filtered and once more extracted; extracts combined	LC–UV–MS and FLU	[98]
Daidzin, glycitin, genistin, daidzein, glycitein, genistein	MeCN–H ₂ O (1:1, v/v)	Soy food	Hydrolysis avoided to determine malonates and acetates	LC–MS	[166]
Catechin, epicatechin, procyanidin, flavonols, anthocyanins, dihydrochalcones	Me ₂ O–H ₂ O (7:3, w/w).	Apple		LC–UV and LC–MS	[167]

Abbreviations: MeCN: acetonitrile, EtOAc: ethyl acetate, Et₂O: diethyl ether, MeOH: methanol, EtOH: ethanol and Me₂O: acetone.

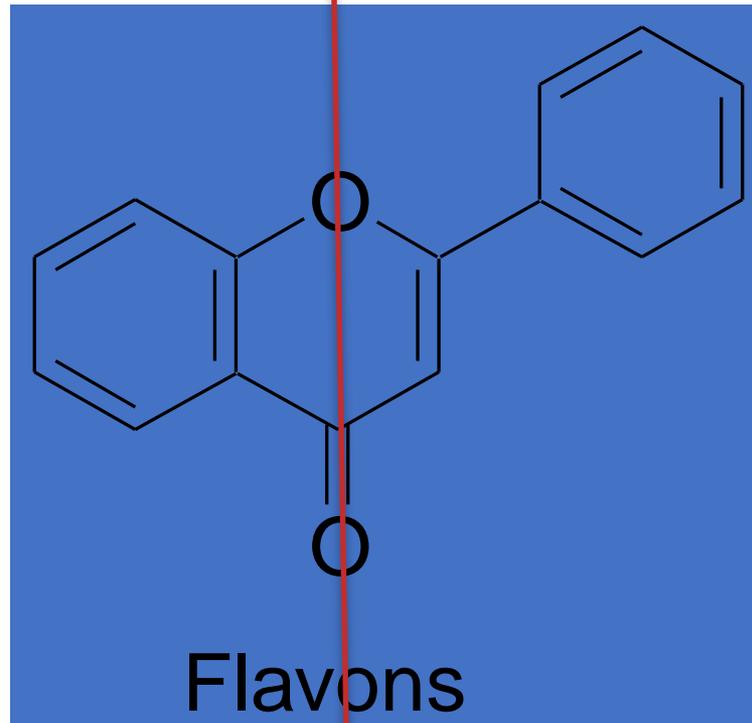
KROMATOGRAFI KERTAS

- Kertas Whatman
- Pengembang al:
 - BAA (n-butanol-as.asetat-air:4-1-5 lap atas)
 - TBA (t-butanol-asam asetat -air:3-1-1)
 - KAA (kloroform-asam asetat-air:30-15-12)
 - Forestal(as.asetat-air-asam: 30-10-3)
- Penampak bercak:
 - sinar uv
 - sinar uv dengan NH_3
 - AlCl_3

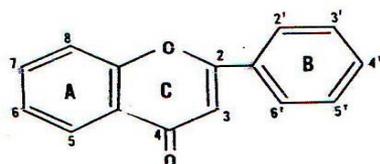
Flavonoid memberikan 2 puncak pada spektrum uv dengan metanol

benzoil
pita 2: 240-280 nm

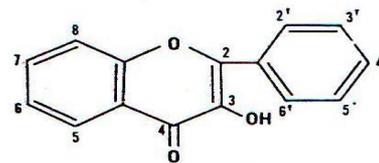
cinnamoil
pita 1: 300-380 nm



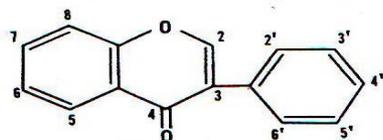
*Skeletons and Numbering Schemes for the
Classes of Flavonoids Discussed in this Volume*



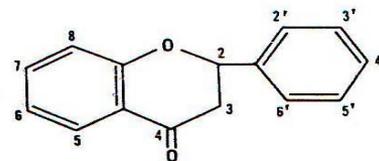
Flavones



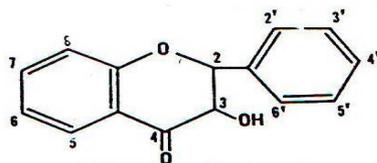
Flavonols



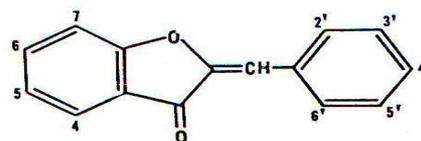
Isoflavones



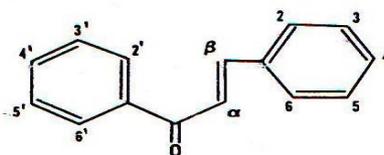
Flavanones



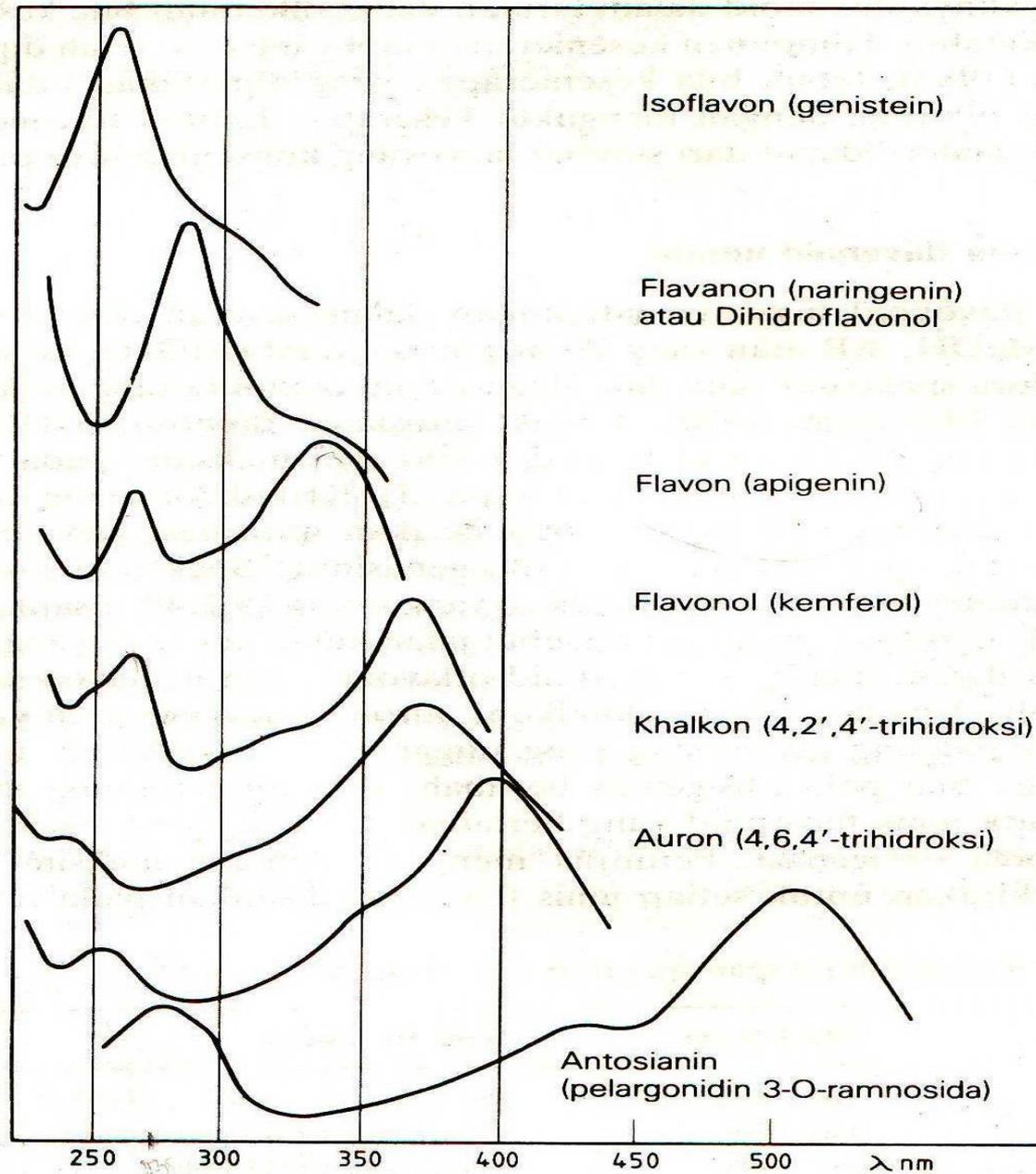
Dihydroflavonols



Aurones



Chalcones



Gambar 3.1 Spektrum serapan UV-tampak jenis flavonoid yang berbeda tetapi pola hidrok-silasinya sama.

SPEKTRUM UV DALAM METANOL

Pita 2 (nm)	Pita 1 (nm)	Jenis flavonoid
250-280	310-350	flavon
250-280	330-360	flavonol (3-OH tersubs)
250-280	380-385	Flavonol (3-OH bebas)
245-275	310-330 (bahu kira-kira 320)	Isoflavon
275-295	300-330 bahu	Isoflavon(5-deoksi-6,7-deoksigenasi)
230-270	340-390	Flavanon, dihidroflavonol
230-270	380-430	Kalkon
270-280	465-560	Auronantosianidin ,antosianin

Pereaksi geser dalam sp. Uv:

1. Dalam pelarut metanol
2. Dalam pelarut natrium metoksida
3. Dalam pelarut natrium asetat
4. Dalam pelarut natrium asetat/asam borat
5. Dalam pelarut $AlCl_3$ dan $AlCl_3/HCl$

Spektrum NaOMe

NaOMe merupakan basa kuat

Spektrum ini biasanya merupakan petunjuk sidik jari pola hidrosilasi dan mendeteksi gugus hidroksil yang lebih asam

Mendeteksi OH pada 3 atau 4' pada flavon dan flavonol

Degradasi atau pengurangan kekuatan spektrum setelah waktu tertentu merupakan petunjuk adanya gugus yang peka terhadap basa

Tabel 3.2 Penafsiran spektrum 'NaOMe'

Jenis flavonoid	Pergeseran yang tampak Pita I	Pita II	Petunjuk penafsiran
Flavon Flavonol	Kekuatan menurun terus (artinya penguraian)		3,4'-OH, <i>o</i> -diOH pada cincin A; pada cincin B: 3 OH yang berdampingan
	Mantap +45 sampai 65 nm kekuatan tak menurun		4'-OH
	Mantap +45 sampai 65 nm kekuatan menurun		3-OH, tak ada 4'-OH bebas
	Pita baru (bandingkan dengan MeOH), 320–335 nm		7-OH
Isoflavon		Tak ada pergeseran	Tak ada OH pada cincin A
Flavanon Dihidroflavonol		Kekuatan menurun dengan berjalannya waktu	<i>o</i> -diOH pada cincin A (penurunan lambat: <i>o</i> -diOH pada cincin B isoflavon)
		Bergeser dari k. 280 nm ke k. 325 nm, kekuatan naik tetapi ke 330–340 nm	Flavanon dan dihidroflavonol dengan 5,7-OH 7-OH, tanpa 5-OH bebas
Khalkon Auron	+80 sampai 95 nm (kekuatan naik)		4'-OH (auron)
	+60 sampai 70 nm (kekuatan naik)		6-OH tanpa oksigenasi pada 4' (auron)
	Pergeseran lebih kecil		6-OH dengan oksigenasi pada 4' (auron)
	+60 sampai 100 nm (kekuatan naik) (Tanpa kenaikan kekuatan)		4-OH (khalkon)
	+40 sampai 50 nm		2-OH atau 4'-OH dan tanpa 4-OH 4'-OH (2'-OH atau 4-OR juga ada)
Antosianidin Antosianin	Semuanya terurai kecuali 3-deoksiantosianidin		Nihil

k = kira-kira

Spektrum NaOAc

- Hanya menyebabkan pengionan yang berarti pada gugus hidroksi yang paling asam (untuk mendeteksi adanya gugus 7-OH bebas)

Spektrum NaOAc/H₃BO₃

- Menjembantani kedua gugus hidroksi pada gugus o-dihidroksi pada cincin A atau pada cincin B

Tabel 3.3 Penafsiran spektrum 'NaOAc'

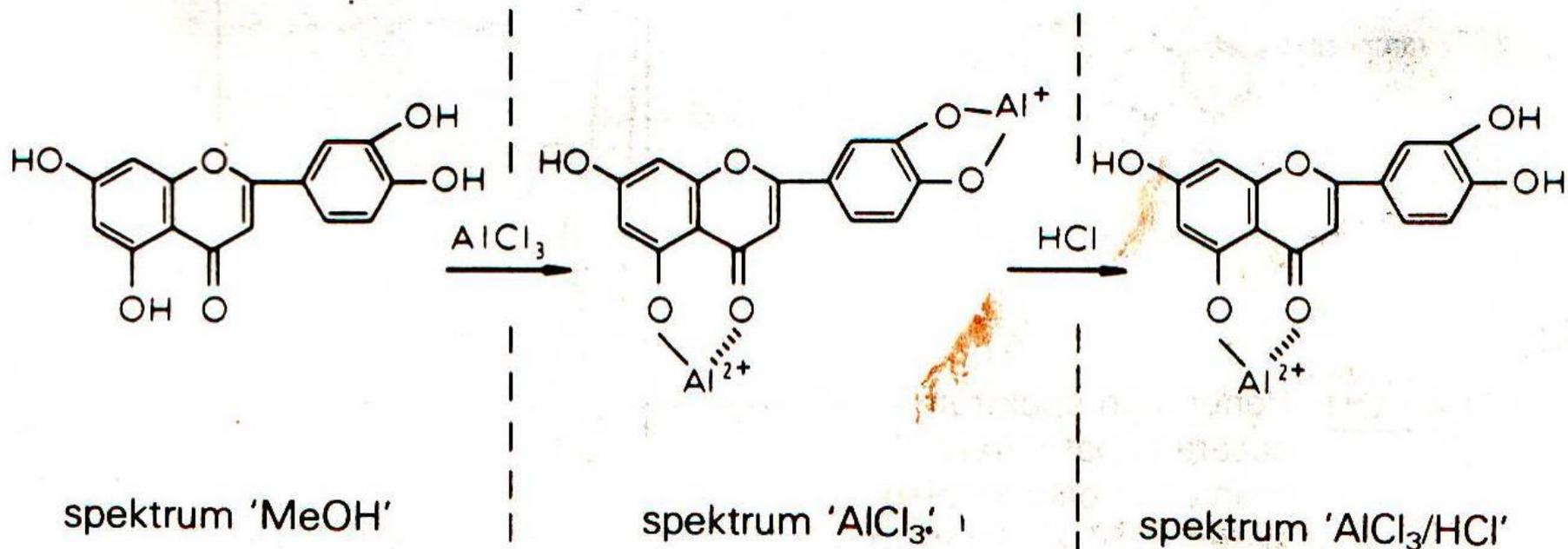
Jenis flavonoid	Pergeseran yang tampak Pita I	Pita II	Petunjuk penafsiran
Flavon Flavonol Isoflavon	+5 sampai 20 nm (berkurang bila ada oksigenasi pada 6 atau 8)		7-OH
	Kekuatan berkurang dengan bertambahnya waktu		Gugus yang peka terhadap basa, mis. 6,7 atau 7,8 atau 3,4'-diOH
Flavanon Dihidroflavonol	+35 nm +60		7-OH (dengan 5-OH) 7-OH (tanpa 5-OH)
	Kekuatan berkurang dengan bertambahnya waktu		Gugus yang peka terhadap basa, mis. 6,7 atau 7,8-diOH
Khalkon Auron	Pergeseran batokrom atau bahu pada panjang gelombang yang lebih panjang		4' dan/atau 4-OH (khalkon) 4' dan/atau 6-OH (auron)

Tabel 3.4 Penafsiran spektrum 'NaOAc/H₃BO₃'

Jenis flavonoid	Pergeseran yang tampak Pita I	Pita II	Petunjuk penafsiran
Flavon Flavonol Auron Khalkon	+12 sampai 36 nm (nisbi terhadap spektrum MeOH) Pergeseran lebih kecil		<i>o</i> -diOH pada cincin B <i>o</i> -diOH pada cincin A (6,7 atau 7,8)
Isoflavon Flavanon Dihidroflavonol		+10 sampai 15 nm (nisbi terhadap spektrum MeOH)	<i>o</i> -diOH pada cincin A (6,7 atau 7,8)

Spektrum $AlCl_3$ dan $AlCl_3/HCl$

- Membentuk kompleks tahan asam antara gugus hidroksil dan keton yang bertetangga dan membentuk kompleks tak tahan asam dengan gugus orto-dihidroksi



Tabel 3.5 Penafsiran spektrum 'AlCl₃' dan 'AlCl₃/HCl'

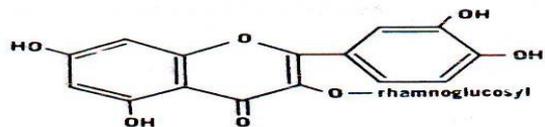
Jenis flavonoid (pereaksi)	Pergeseran yang tampak Pita I	Pita II	Petunjuk penafsiran
Flavon dan flavonol (AlCl ₃ /HCl)	+35 sampai 55 nm		5-OH
	+17 sampai 20 nm		5-OH dengan oksigenasi pada 6 Mungkin 5-OH dengan gugus prenil pada 6
	Tak berubah		
(AlCl ₃)	+50 sampai 60		Mungkin 3-OH (dengan atau tanpa 5-OH)
	Pergeseran AlCl ₃ /HCl tambah 30 sampai 40 nm		<i>o</i> -diOH pada cincin B
	Pergeseran AlCl ₃ /HCl tambah 20 sampai 25 nm		<i>o</i> -diOH pada cincin A (tambahan pada pergeseran <i>o</i> -diOH pada cincin B)
Isoflavon, flavanon, dan Dihydroflavonol (AlCl ₃ /HCl)		+10 sampai 14 nm	5-OH (isoflavon)
		+20 sampai 26 nm	5-OH (flavanon, dihydroflavonol)
	(AlCl ₃)	Pergeseran AlCl ₃ /HCl, tambah 11 sampai 30 nm	
Pergeseran AlCl ₃ /HCl, tambah 30 sampai 38 nm (peka terhadap NaOAc)			Dihydroflavonol tanpa 5-OH (tambahan pada sembarang pergeseran <i>o</i> -diOH)
Auron Khalkon (AlCl ₃ /HCl)	+48 sampai 64 nm		2'-OH (khalkon)
	+40 nm		2'-OH (khalkon) dengan oksigenasi pada 3'
	+60 sampai 70 nm		4-OH (auron)
(AlCl ₃)	Pergeseran AlCl ₃ /HCl tambah 40 sampai 70 nm		<i>o</i> -diOH pada cincin B

Tabel 3.5 (lanjutan)

Jenis flavonoid (pereaksi)	Pergeseran yang tampak Pita I Pita II	Petunjuk penafsiran
	Penambahan lebih kecil	Mungkin <i>o</i> -diOH pada cincin A
Antosianidin Antosianin (AlCl₃)	+25 sampai 35 nm (pada pH 2–4)	<i>o</i> -diOH
	Pergeseran lebih besar	Banyak <i>o</i> -diOH atau <i>o</i> -diOH (3-deoksi antosianidin)

69

RUTIN



CHROMATOGRAPHIC DATA

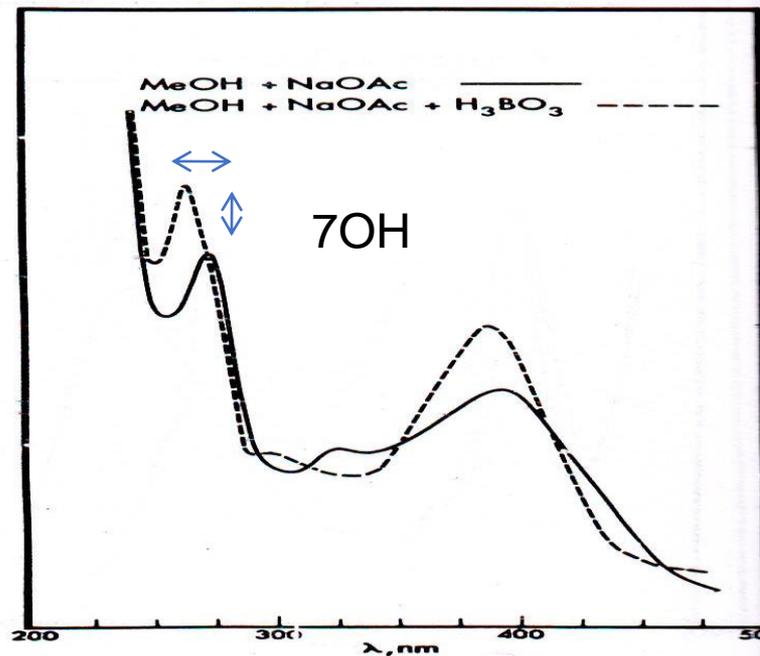
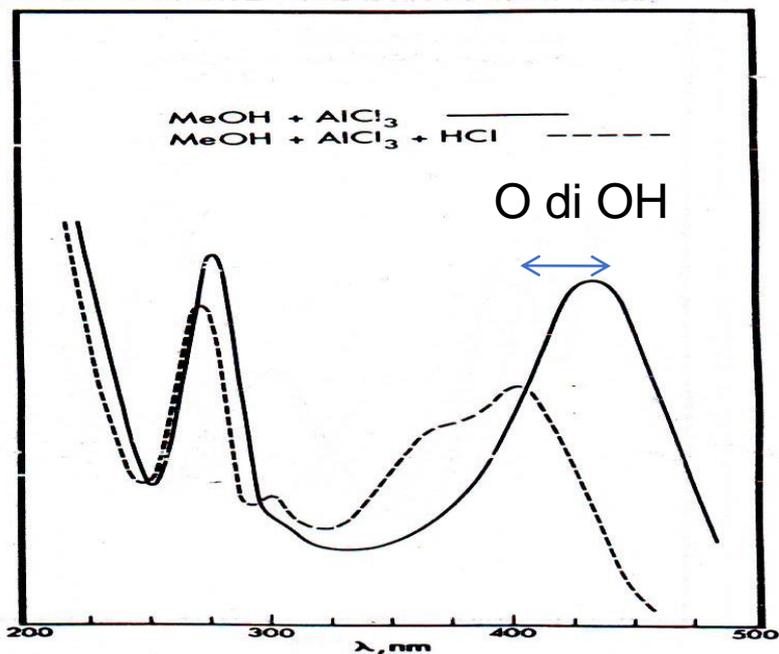
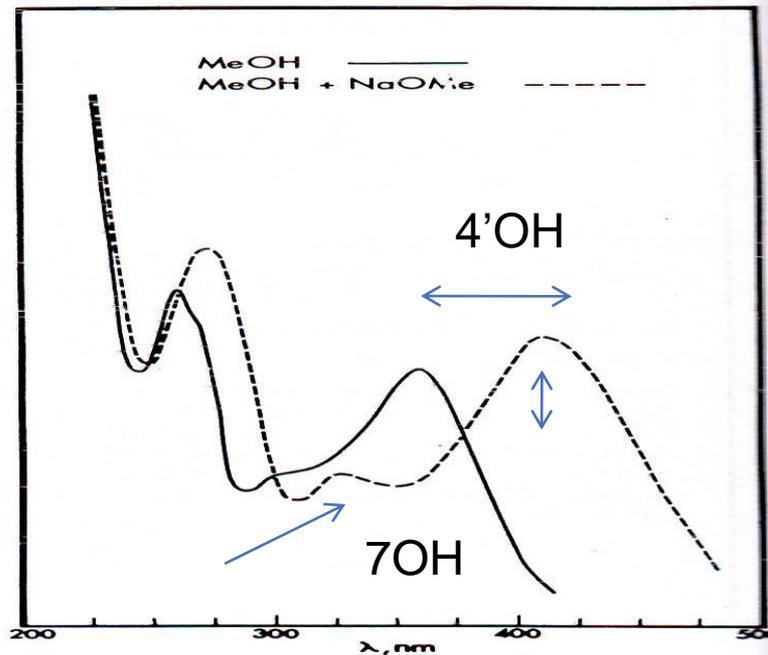
Spot Appearance: (UV) deep purple
(UV/NH₃) yellow

R_f Values: 0.44 (TBA), 0.56 (HOAc)

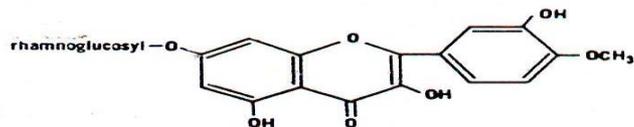
UV SPECTRAL DATA (λ_{max} , nm)

MeOH	259, 266sh, 299sh, 359
NaOMe	272, 327, 410
AlCl ₃	275, 303sh, 433
AlCl ₃ /HCl	271, 300, 364sh, 402
NaOAc	271, 325, 393
NaOAc/H ₃ BO ₃	262, 298, 387

(Proc. I)



TAMARIXETIN 7-O-RUTINOSIDE



CHROMATOGRAPHIC DATA

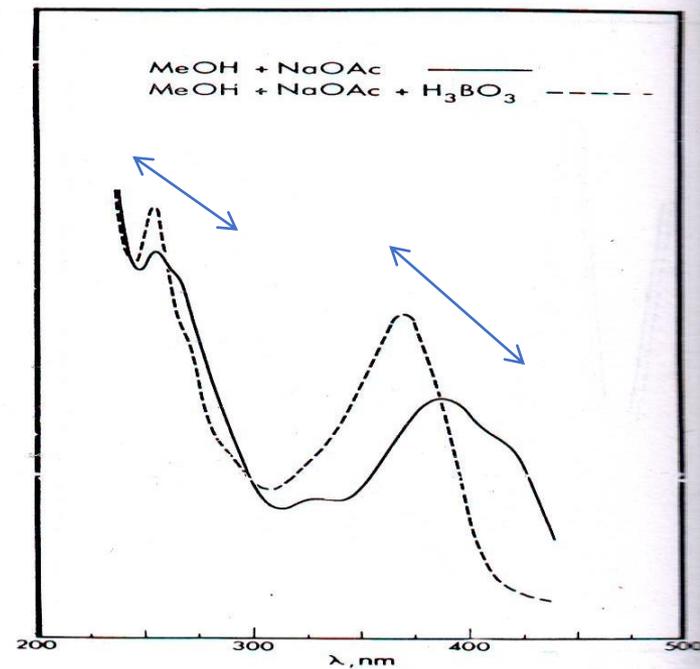
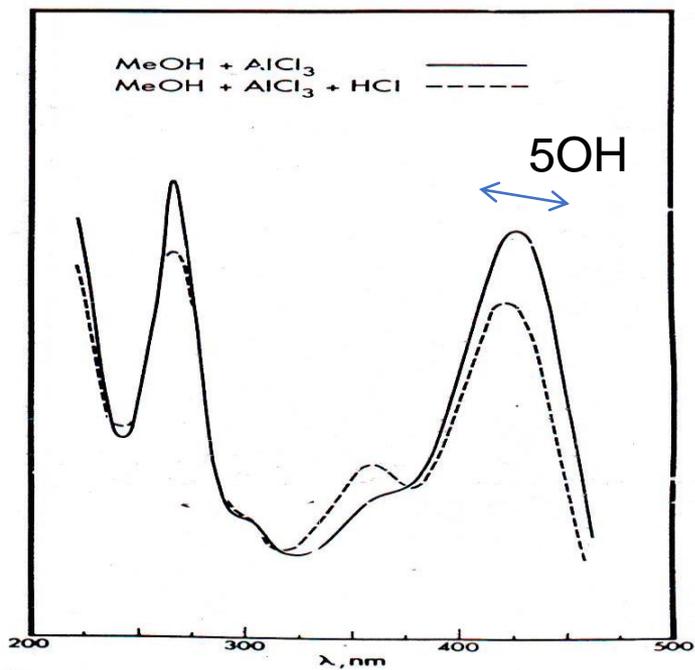
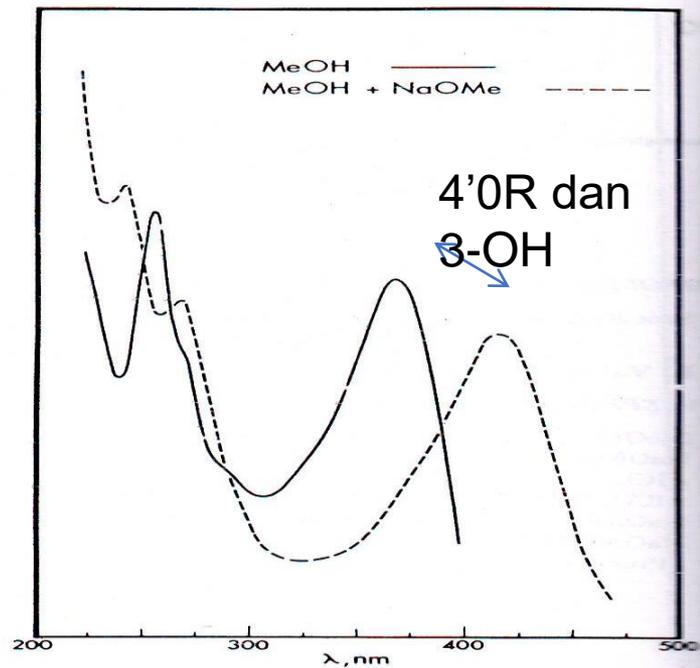
Spot Appearance: (UV) pale yellow
(UV/NH₃) pale yellow

R_f Values: 0.16 (TBA), 0.32 (HOAc)

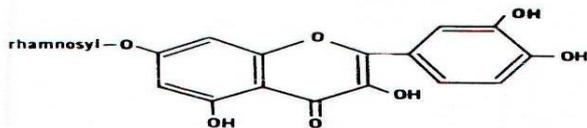
UV SPECTRAL DATA (λ_{max} , nm)

MeOH	255, 271sh, 291sh, 367
NaOMe	242, 268, 415
AlCl ₃	266, 303sh, 365sh, 427
AlCl ₃ /HCl	266, 301sh, 359, 423
NaOAc	256, 265sh, 327, 388, 415sh
NaOAc/H ₃ BO ₃	255, 269sh, 292sh, 371

(Proc. I)



QUERCETIN 7-O-RHAMNOSIDE



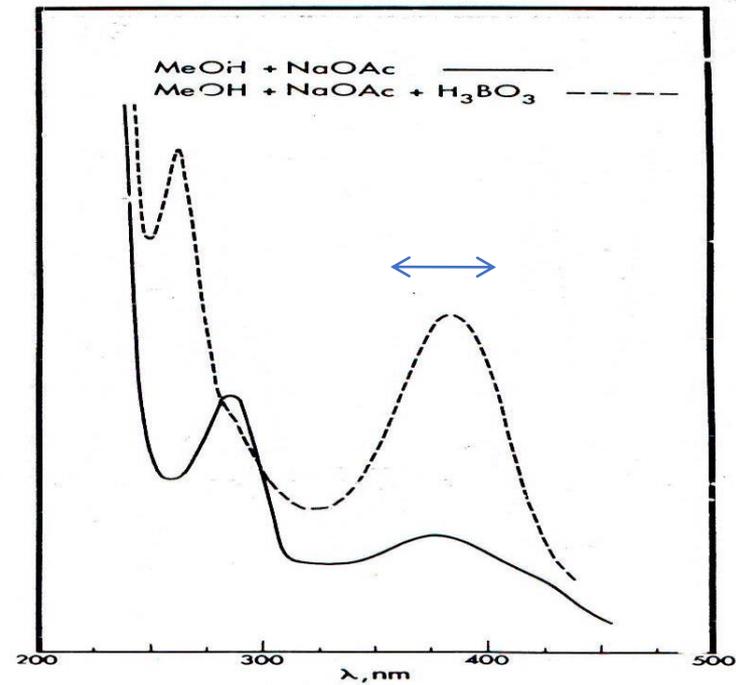
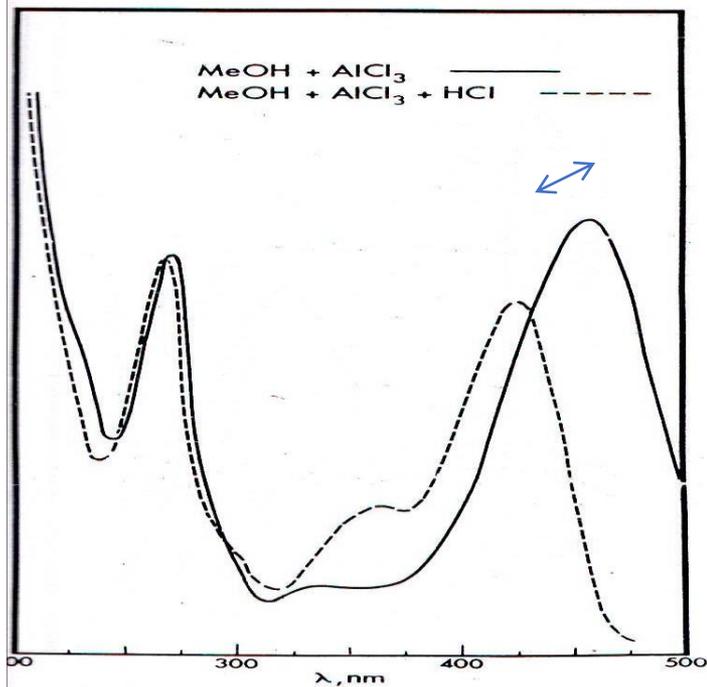
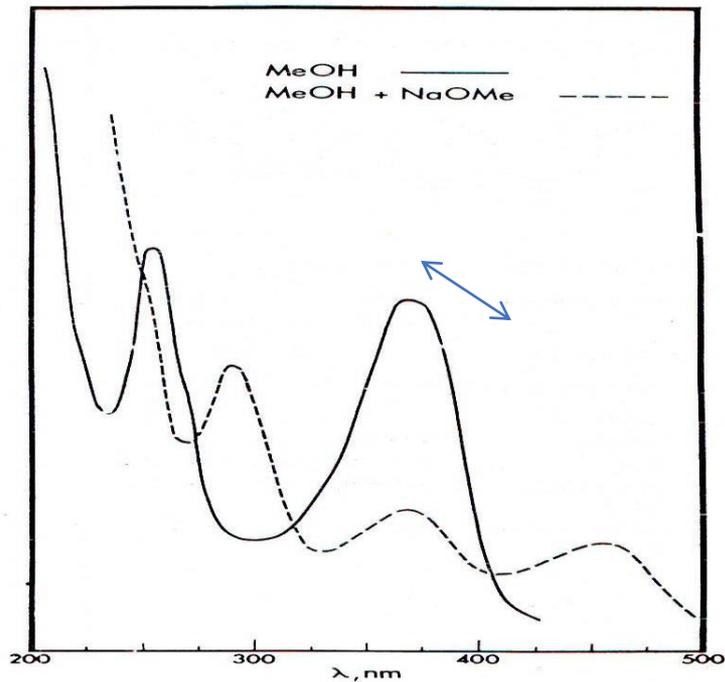
CHROMATOGRAPHIC DATA

Spot Appearance: (UV) yellow
(UV/NH₃) fluorescent yellow

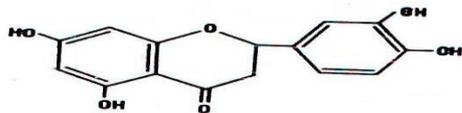
R_f Values: 0.55 (TBA), 0.11 (HOAc)

UV SPECTRAL DATA (λ_{max} , nm)

MeOH	256, 269sh, 372
NaOMe	241sh, 291, 367, 457 (dec.)
AlCl ₃	259sh, 273, 339, 458
AlCl ₃ /HCl	268, 303sh, 365, 426
NaOAc	286, 378, 428sh (dec.)
NaOAc/H ₃ BO ₃	261, 289sh, 386
(Proc. II)	



ERIODICTYOL



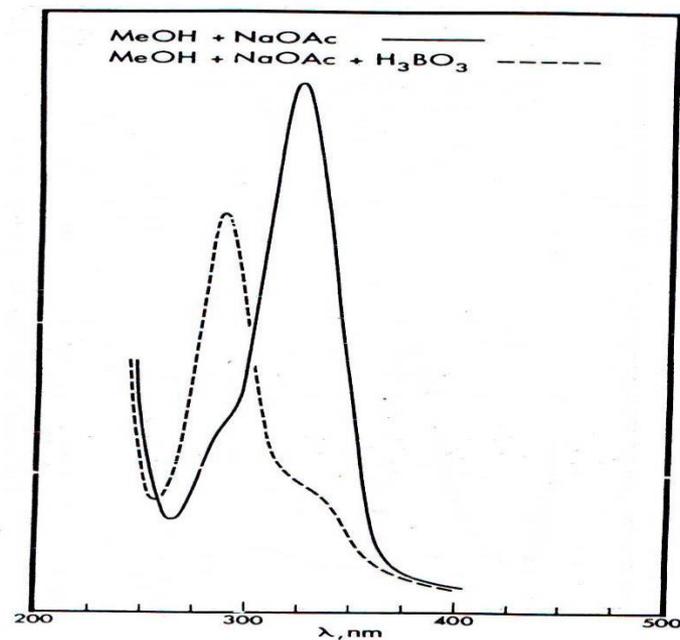
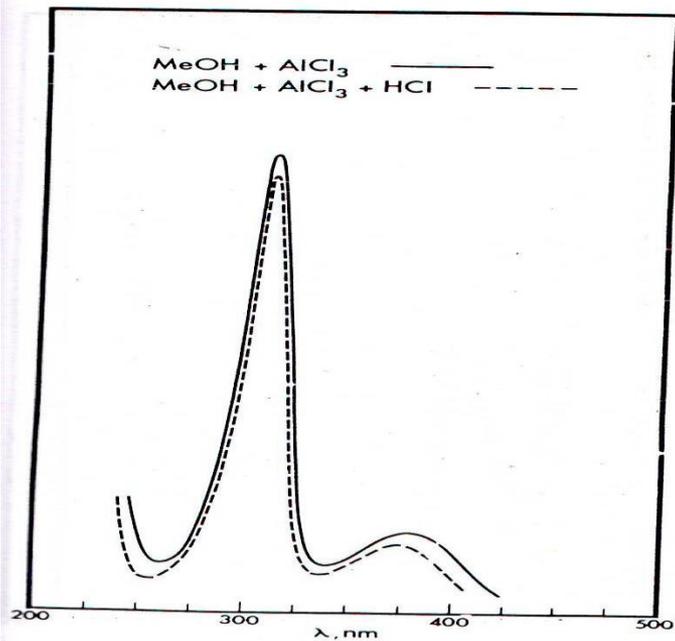
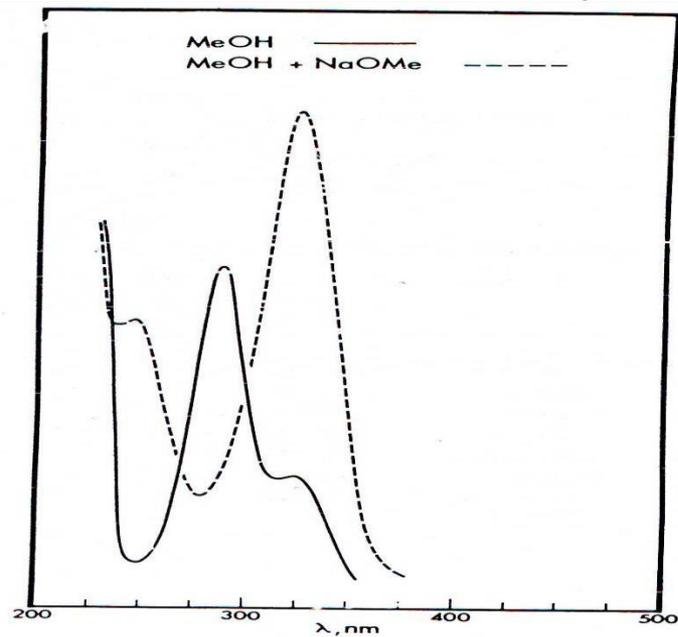
CHROMATOGRAPHIC DATA

Spot Appearance: (UV) deep purple
(UV/NH₃) deep purple

R_f Values: 0.84 (TBA), 0.39 (HOAc)

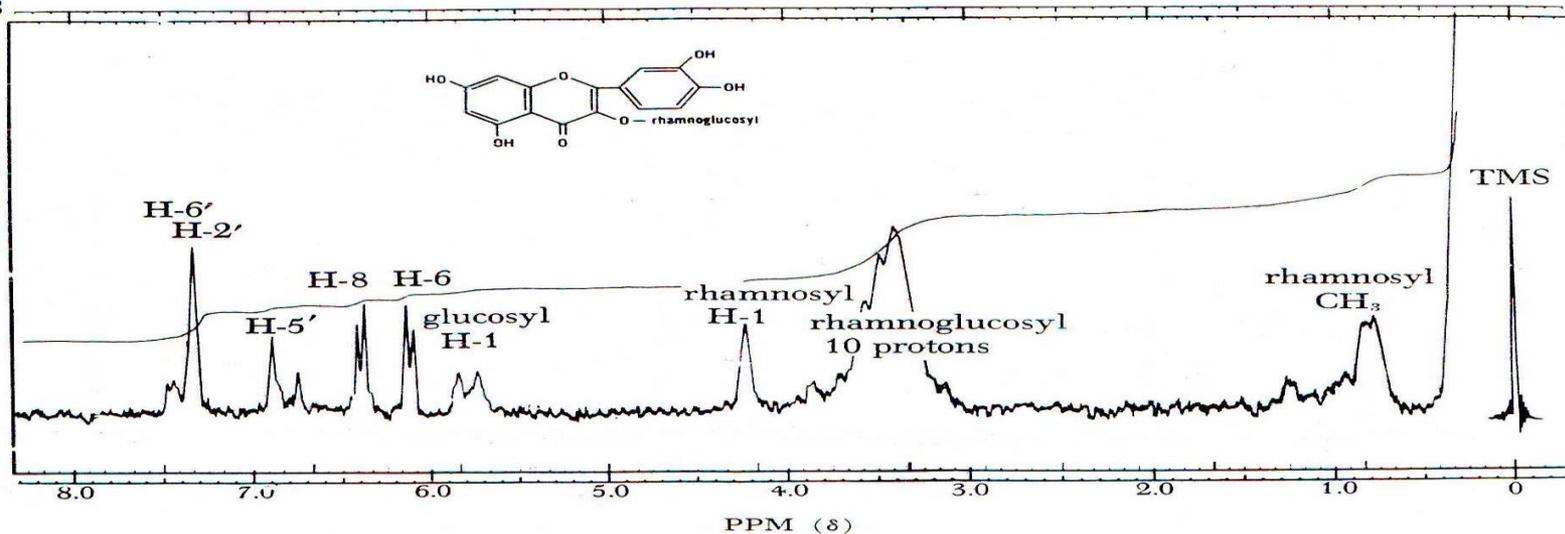
UV SPECTRAL DATA (λ_{max} , nm)

MeOH	289, 324sh
NaOMe	246, 324
AlCl ₃	310, 378
AlCl ₃ /HCl	309, 373
NaOAc	289sh, 325
NaOAc/H ₃ BO ₃	289, 333sh
(Proc. I)	

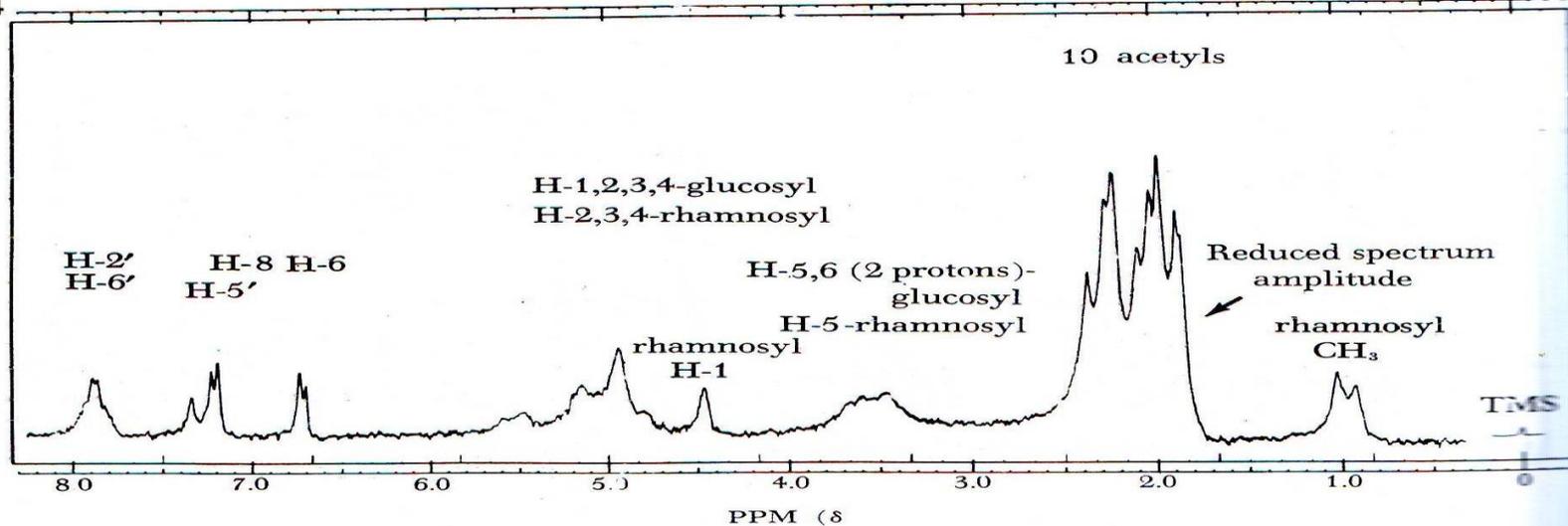


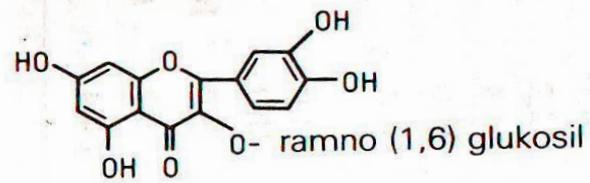
NMR of TMS Ether of Rutin in CCl_4

33

NMR of Rutin Acetate in CDCl_3

34





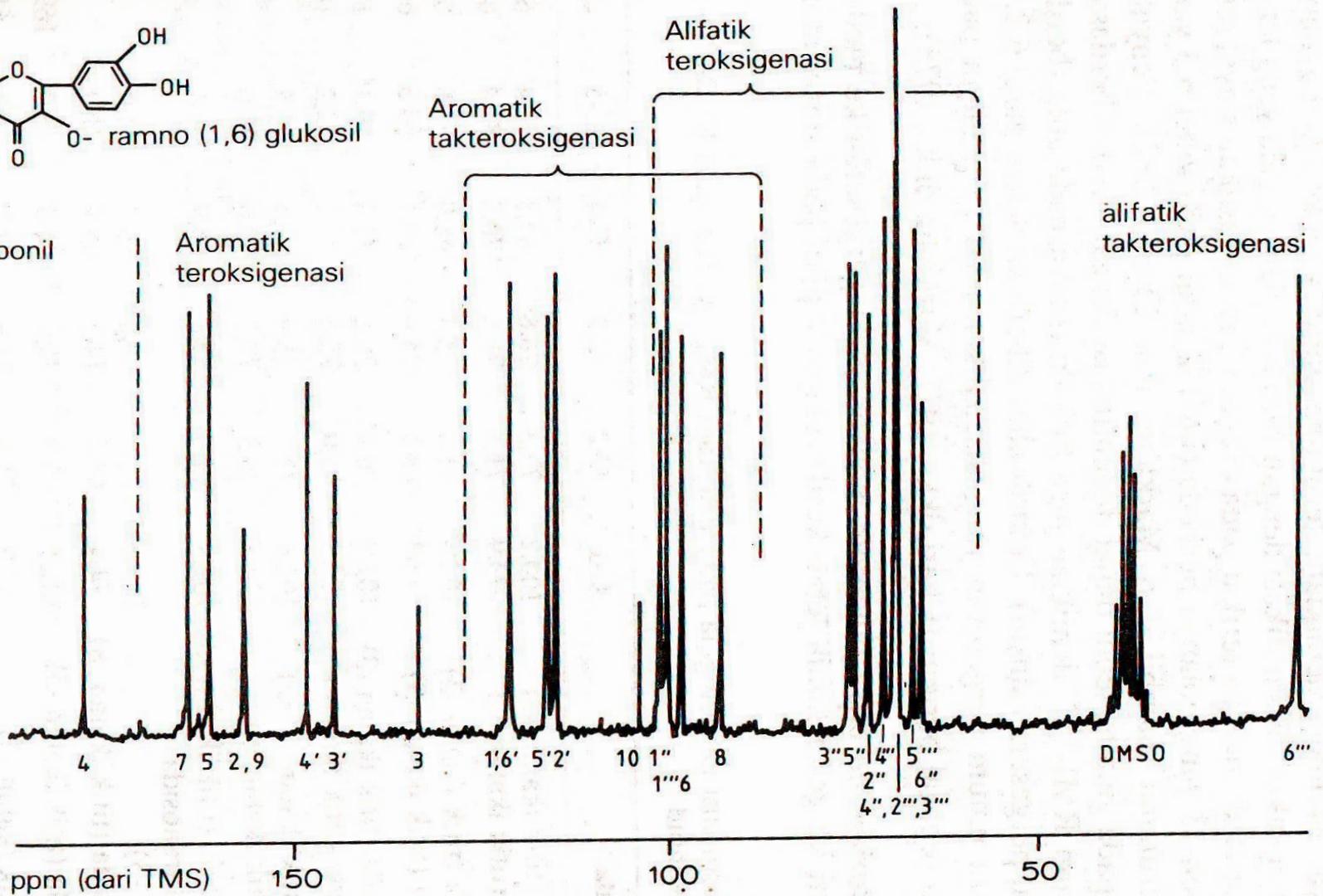
Karbonil

Aromatik teroksigenasi

Aromatik takteroksigenasi

Alifatik teroksigenasi

alifatik takteroksigenasi



Gambar 6.1 Spektrum RMI- ^{13}C rutin.

Pigmen Flavonoid

- Kimia dan penyebaran
 - Semua flavonoid, menurut strukturnya, merupakan turunan senyawa induk flavon dan mempunyai sejumlah sifat yang sama
 - Dikenal sekitar sembilan kelas flavonoid
 - Flavonoid terutama berupa senyawa yang larut dalam air. dapat diekstraksi dengan etanol 70% dan tetap ada dalam lapisan air setelah ekstrak ini dikocok dengan eter minyak bumi.
 - flavonoid umumnya terdapat dalam tumbuhan, terikat pada gula sebagai glikosida dan aglikon flavonoid mungkin saja terdapat dalam satu tumbuhan dalam beberapa bentuk kombinasi glikosida
 - Flavonoid berupa senyawa fenol, karena itu warnanya berubah bila ditambah basa atau amonia; jadi, mereka mudah dideteksi pada kromatogram

Golongan flavonoid	Penyebaran	Ciri khas
Antosianin	pigmen bunga merah marak, merah, merah senduduk, dan biru; juga dalam daun dan jaringan lain.	larut dalam air, λ_{maks} 515-545 nm, bergerak dengan BAA pada kertas*.
Proantosianidin	terutama tanwarna, dalam galih dan daun tumbuhan berkayu.	menghasilkan antosianidin (warna dapat diekstraksi dengan amil alkohol) bila jaringan dipanaskan dalam HCl 2M selama setengah jam.
Flavonol	terutama ko-pigmen tanwarna dalam bunga sianik dan asianik; tersebar luas dalam daun.	setelah hidrolisis, berupa bercak kuning murup pada kromatogram Forestal bila disinari dengan sinar UV; maksima spektrum pada 350-386 nm.
Flavon	seperti flavonol.	setelah hidrolisis, berupa bercak coklat redup pada kromatogram Forestal; maksima spektrum pada 330-350 nm.
Glikoflavon	seperti flavonol.	mengandung gula yang terikat melalui ikatan C-C; bergerak dengan pengembang air, tidak seperti flavon biasa.
Bi flavonil	tanwarna; hampir seluruhnya terbatas pada gimnospermae	pada kromatogram BAA berupa bercak redup dengan R_F tinggi†.
Khalkon dan auron	pigmen bunga kuning, kadang-kadang terdapat juga dalam jaringan lain.	dengan amonia berwarna merah (<i>in situ</i>), maksima spektrum 370-410 nm
Flavanon	tanwarna; dalam daun dan buah (terutama dalam Citrus).	berwarna merah kuat dengan Mg/HCl; kadang-kadang sangat pahit.
Isoflavon	tanwarna; sering kali dalam akar; hanya terdapat dalam satu suku, Leguminosae.	bergerak pada kertas dengan pengembang air; tak ada uji warna yang khas.

Tabel 2.8 Warna flavonoid dengan sinar tampak dan ultraviolet

Warna	Warna dengan sinar UV		Petunjuk
	sendiri	dengan amonia	
Jingga Merah Merah senduduk	jingga redup, merah atau merah senduduk	biru	antosianidin 3-glikosida
	fluoresensi merah kuning atau merah jambu	biru	kebanyakan antosianidin 3,5-diglikosida
Kuning murup	coklat tua atau hitam	coklat tua atau hitam	6-hidroksi flavonol dan fla- von; beberapa khalkon gli- kosida
	kuning murup atau hijau kuning	merah tua atau jingga murup jingga murup atau merah	kebanyakan khalkon
Kuning pucat	coklat tua	kuning murup atau coklat kuning	auron
		kuning kunyit- hijau coklat tua	kebanyakan flavonol glikosida
Nihil	merah senduduk tua	coklat lemah	kebanyakan flavon glikosida, biflavonil, dan flavon yang tersulih tak biasa
	biru lemah	biru kuat	kebanyakan isoflavon dan flavanonol
	merah senduduk tua	kuning pucat atau hijau kuning	5-desoksiisoflavon dan 7,8-dihidroksi flavanon flavanon dan flavanonol 7-glikosida

Penyemprot kromatografi umum: AlCl_3 5% dalam etanol dengan hasil: fluoresensi hijau kuning dengan sinar UV; $\text{FeCl}_3 - \text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ (1 : 1) dengan hasil: biru pada latar belakang kuning; pereaksi Folin dengan hasil: (+ NH_3): biru pada latar belakang putih.

- Flavonoid mengandung sistem aromatik yang terkonjugasi dan karena itu menunjukkan pita serapan pada daerah spektrum UV dan spektrum tampak

Tabel 2.9 Ciri spektrum golongan flavonoid utama

λ maksimum utama (nm)	λ maksimum tambahan (nm) (dengan intensitas nisbi)	Petunjuk
475–560	± 275 (55%)	antosianin
390–430	240–270 (32%)	auron
365–390	240–260 (30%)	khalkon
350–390 } 250–270 }	± 300 (40%)	flavonol
330–350 } 250–270 }	tidak ada	flavon dan biflavonil
275–290 } ± 225 }	310–330 (30%)	flavanon dan flavanonol
255–265	310–330 (25%)	isoflavon

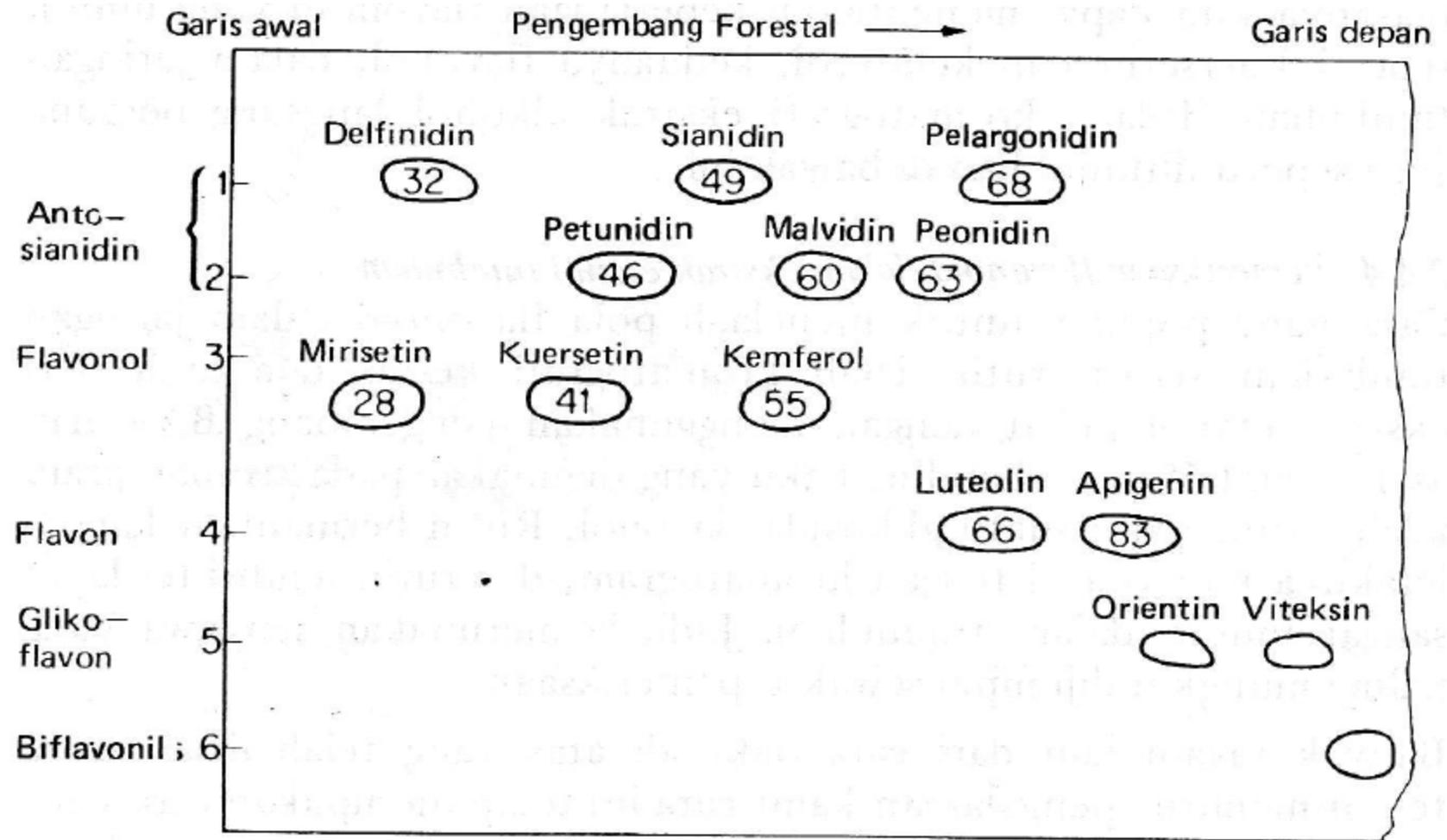
• PENGOLONGAN PENDAHULUAN

- Flavonoid terdapat dalam tumbuhan sebagai campuran, jarang sekali dijumpai hanya flavonoid tunggal dalam jaringan tumbuhan
- Di samping itu, sering terdapat campuran yang terdiri atas flavonoid yang berbeda kelas
- Penggolongan jenis flavonoid dalam jaringan tumbuhan mula-mula didasarkan kepada telaah sifat kelarutan dan reaksi warna
- Kemudian diikuti dengan pemeriksaan ekstrak tumbuhan yang telah dihidrolisis, (secara kromatografi satu arah, dan pemeriksaan ekstrak etanol secara dua arah)
- Akhirnya, flavonoid dapat dipisahkan dengan cara kromatografi. Komponen masing-masing diidentifikasi dengan membandingkan kromatografi dan spektrum, dengan memakai senyawa pembanding yang sudah dikenal.

Percobaan laboratorium

- Pemeriksaan aglikon flavonoid dalam ekstrak tumbuhan yang telah dihidrolisis
- Langkah kerja
 - Sedikit jaringan tumbuhan (biasanya daun atau bunga) direndam dalam HCl 2M dalam tabung reaksi, dan dipanaskan selama 30- 40 menit pada 100°C
 - Lalu, bila perlu, ekstrak yang telah didinginkan disaring dan diekstraksi dengan etil asetat.
 - Bila larutan berwarna, maka ekstrak air dipanaskan lebih lanjut untuk menghilangkan sesepora etil asetat yang tertinggal, dan kemudian diekstraksi ulang dengan sedikit amil alkohol.

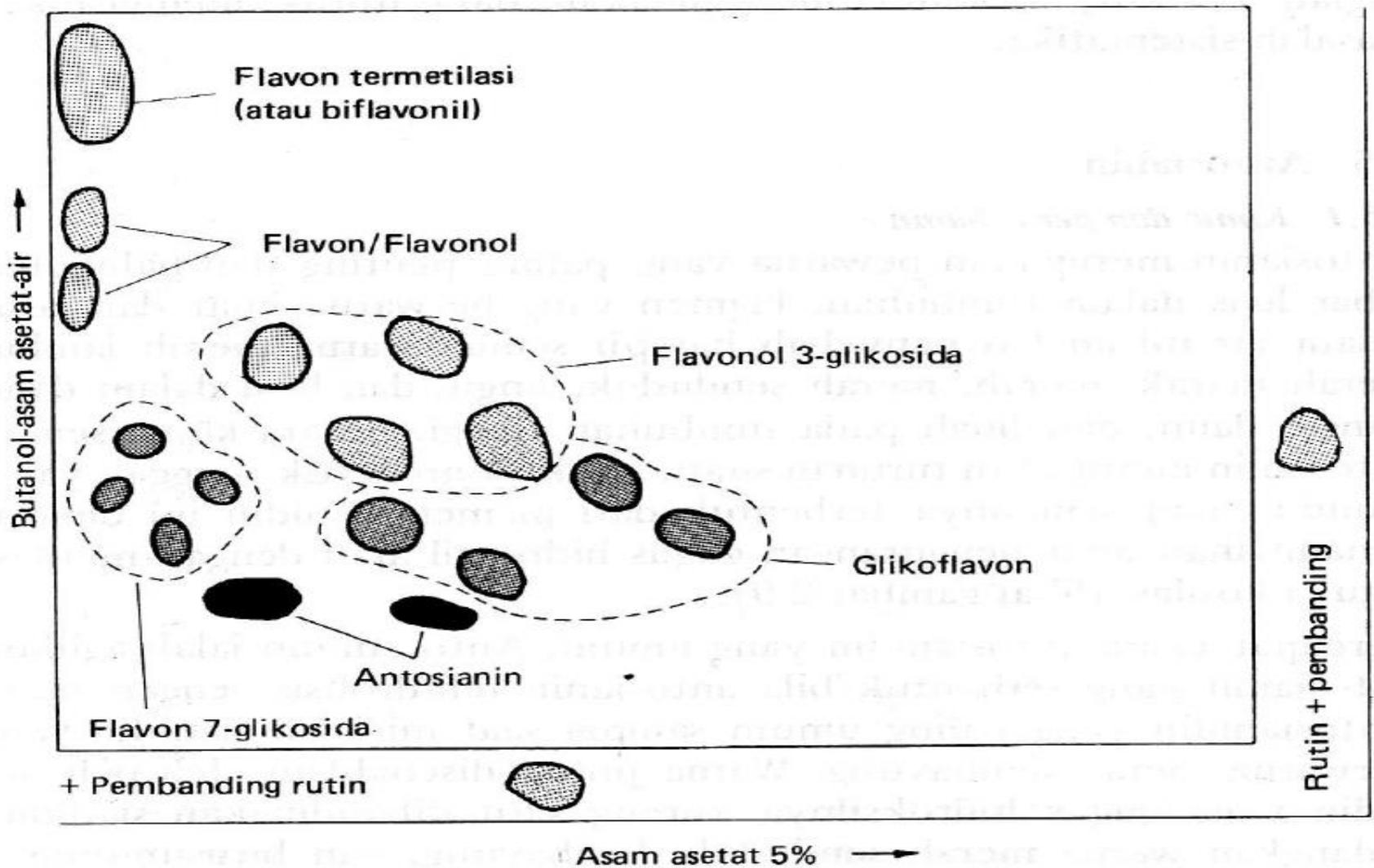
- Etil asetat diuapkan sampai kering, tambahkan etanol 1-2 tetes dan dikromatografi satu arah berdampingan dengan pembanding autentik, memakai lima pengembang : Forestal (asam asetat-HCl pekat-air; 30 : 3 : 1), HOAc 50% (asam asetat 50% dalam air), BAA (n-butanol-asam asetat-air; 4 : 1 : 5; lapisan atas), phOH (fenol yang dijenuhkan dengan air)
- Ekstrak amil alkohol, dipekatkan sampai kering, tambahkan beberapa tetes HCl 1% dalam metanol, dan dikromatografi memakai pengembang Forestal dan asam format (asam format-HCl pekat-air; 5 : 2 : 3)



Gambar 2.7 Kromatogram Forestal aglikon flavonoid tumbuhan yang umum. Keterangan warna: (1) berturut-turut merah senduduk, merah, dan jingga dengan sinar tampak; (2) merah senduduk, merah senduduk, dan merah dengan sinar tampak; (3) kuning terang dengan sinar UV; (4, 5) coklat pudar dengan sinar UV dan berubah menjadi hijau kuning terang dengan NH_4OH ; (6) coklat pudar dan tidak berubah dengan NH_4OH .

PEMERIKSAAN FLAVONOID DALAM EKSTRAK ETANOL TUMBUHAN

- Cara yang populer untuk menelaah pola flavonoid dalam jaringan tumbuhan secara rutin ialah kromatografi kertas dua arah dari ekstrak etanol pekat dengan menggunakan pengembang BAA dan asam asetat 5%.
- Perbandingan baku yang digunakan pada kromatogram ialah rutin, yaitu suatu glikosida flavonol
- Sebagai pengganti kertas kromatografi dapat digunakan pelat berlapiskan selulosa MN 300; keuntungannya, pemisahan dapat dilakukan dalam waktu yang lebih singkat

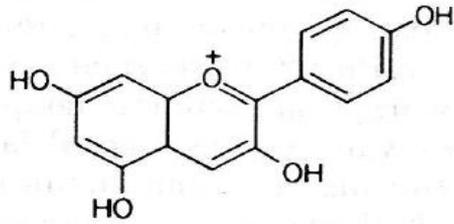


Gambar 2.8 Contoh kromatogram dua arah dari flavonoid dalam ekstrak tumbuhan. Kromatogram di atas menunjukkan letak kira-kira flavonoid umum pada kromatogram. Selama ekstraksi mungkin terjadi hidrolisis glikosida sedikit, sehingga biasanya dijumpai sedikit aglikon flavon dan flavonol. Keterangan warna :  coklat pudar, kuning terang, dan kuning hijau,  = coklat pudar, kuning kuat, atau hijau.  = warna yang tampak; warna lain lihat kete-

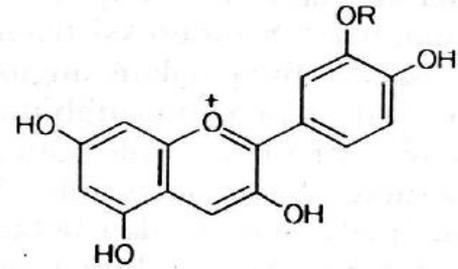
Antosianin

- Kimia dan penyebaran
 - Antosianin merupakan pewarna yang paling penting dan paling tersebar luas dalam tumbuhan.
 - Penyebab hampir semua warna merah jambu, merah marak, merah senduduk, ungu, dan biru dalam daun bunga, daun, dan buah pada tumbuhan tinggi.
 - Secara kimia semua antosianin merupakan turunan suatu struktur aromatik tunggal, yaitu sianidin
 - Antosianidin ialah aglikon antosianin yang terbentuk bila antosianin dihidrolisis dengan asam

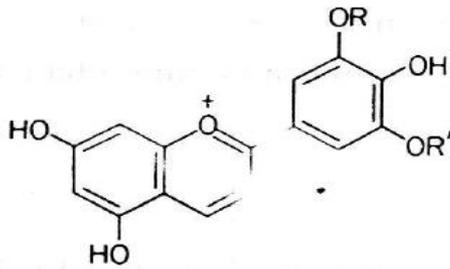
- Terdapat enam antosianidin yang umum
 - **sianidin** ,yang berwarna merah lembayung
 - **Pelargonidin**, Warna jingga, yang gugus hidroksilnya kurang satu dibandingkan sianidin
 - **Delfinidin**, warna merah senduduk, lembayung, dan biru. yang gugus hidroksilnya lebih satu dibandingkan sianidin
 - Tiga jenis eter metil antosianidin (**peonidin**, **petunidin** dan **malvidin**)
- Antosianin hampir terdapat umum dalam tumbuhan berpembuluh
- dideteksi dalam beberapa lumut, dalam daun muda paku, begitu pula dalam angiospermae dan gymnospermae



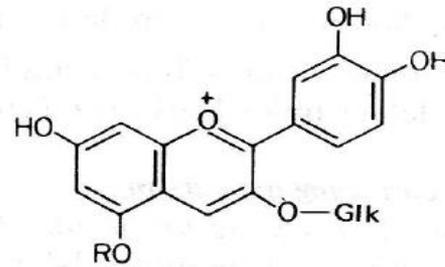
Pelargonidin



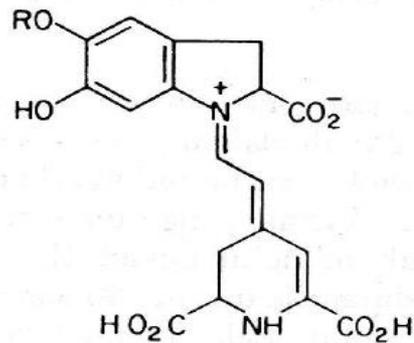
Sianidin, R = H
Peonidin, R = Me



Delfinidin, R = H
Petunidin, R = Me, R' = H
Malvidin, R = R' = Me



Sianidin 3-glukosida, R = H
Sianidin 3,5-diglukosida,
R = glukosa



Betanidin, R = H
Betanin, R = glukosa

- Identifikasi

- Cara yang disarankan

- Antosianin tidak mantap dalam larutan netral atau basa, dan bahkan dalam larutan asam warnanya dapat memudar perlahan-lahan akibat kena cahaya
 - Karena itu antosianin harus diekstraksi dari tumbuhan dengan pelarut yang mengandung asam asetat atau asam hidroklorida, dan larutannya harus disimpan di tempat gelap serta sebaiknya didinginkan

- Antosianidin

- daun bunga segar (atau jaringan lain yang mengandung antosianin) dipanaskan dalam HCl 2M di dalam tabung reaksi selama 40 menit pada 100°C.
- Ekstrak yang berwarna didinginkan dan dienaptuangkan dari jaringan tumbuhan.
- Ekstrak yang dingin tersebut dicuci dua kali dengan etil asetat untuk menghilangkan flavon
- lapisan etil asetat dibuang dan lapisan air dipanaskan pada 80°C selama tiga menit untuk menghiiangkan sisa etil asetat.
- Lalu, pigmen diekstraksi dengan amil alkohol sedikit dan kemudian ekstrak dapat dipipet serta dipekatkan sampai kering pada kaca arloji di atas penangas air yang mendidih (pemanasan yang berlebihan dapat merusak pigmen)
- Antosianidin, yang terdapat dalam sisa dilarutkan dalam 2-4 tetes metanol yang mengandung HCl dan dikromatografi kertas satu arah dengan pengembang Forestal dan asam format.

Pigmen*	$R_F(\times 100)$ dalam			Warna tampak	λ maksimum (nm) dalam MeOH-HCl	Geser warna dengan $AlCl_3 \dagger$
	Forestal	Format	BAA			
Pelargonidin	68	33	80	merah	520	—
Sianidin	49	22	68	merah lembayung	535	+
Peonidin	63	30	71		532	—
Delfinidin	32	13	42	lembayung	546	+
Petunidin	46	20	52		543	+
Malvidin	60	27	58		542	—

Keterangan pengembang: Forestal = HCl pekat - HOAc - H_2O (3 : 30 : 10); Format = HCl pekat - HCOOH - H_2O (2 : 5 : 3); BAA = *n*-BuOH - HOAc - H_2O (4 : 1 : 5).

- Antosianin

- Sedikit daun bunga-berwarna yang segar diekstraksi dengan cara menghancurkannya memakai sesedikit mungkin metanol yang mengandung HCl pekat 1%.
- Hasilnya berupa ekstrak (dalam waktu 10-15 menit) yang cukup pekat untuk langsung dikromatografi kertas
- Antosianin dikromatografi kertas satu arah memakai pengembang BAA, BuHCl, dan HCl 1% serta dibandingkan dengan satu larutan pembanding atau lebih
- Salah satu faktor utama yang menentukan Rf ialah jumlah gula yang terikat pada antosianin; peningkatan glikosilasi mengurangi Rf. dalam pengembang BAA dan BuHCl, menambah Rf dalam HCl 1%

Antosianin	$R_F(\times 100)$ dalam			Sumber daun bunga
	BAA	BuHCl	1% HCl	
<i>Monoglikosida</i>				
Pelargonidin 3-glukosida	44	38	14	Aster cina
Sianidin 3-glukosida	38	25	07	Chrysanthemum
Malvidin 3-glukosida	38	15	06	<i>Primula polyanthus</i>
<i>Diglikosida</i>				
Pelargonidin 3,5-diglukosida	31	14	23	Pelargonium
Sianidin 3-ramnosilglukosida	37	25	19	<i>Antirrhinus majus.</i>
Peonidin 3,5-diglukosida	31	10	08	Paeonia
Delfinidin 3,5-diglukosida	15	03	08	Verbena
<i>Triglikosida</i>				
Sianidin 3-ramnosilglukosida-5-glukosida	25	08	36	<i>Streptocarpus hybrida</i>
Sianidin 3-(2 ^G -glukosil-ramnosilglukosida)	26	11	61	<i>Begonia coccineus</i>
<i>Diglukosida terasilasi</i>				
Pelargonidin 3-(<i>p</i> -kumarilglukosida)-5-glukosida	40	46	19	<i>Monarda didyma</i>

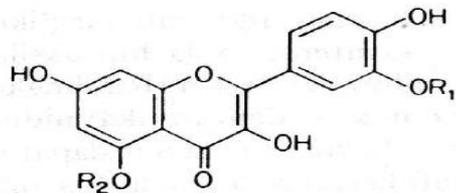
Keterangan pengembang: BAA = *n*-BuOH – HOAc – H₂O (4 : 1 : 5); Bu HCl = *n*-BuOH – HCl 2M (1 : 1, lapisan atas); HCl 1% = HCl pekat – H₂O (3 : 97).

* Warna tergantung pada sifat aglikon: pelargonidin glikosida merah jingga, sianidin glikosida jerau, dsb. Pelargonidin 3,5-diglikosida, yaitu peonidin dan malvidin, dapat dibedakan lebih lanjut berdasarkan warna fluoresensi dengan sinar UV, glikosida lain hanya memberi warna redup sampai cerah.

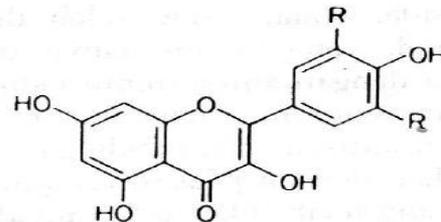
- Cara-pilihan lain
 - Kromatografi lapis tipis (KLT)
 - Antosianidin dapat dipisahkan pada silika gel yang memakai etilasetat-asam format-HCl 2M (85 : 6 : 9), tetapi warna bercak memudar agak cepat setelah pemisahan.
 - KLT dua arah antosianidin pada selulosa kristal renik telah dilakukan memakai asam format-HCl pekat-air (10 : 1 : 3) dan amil alkohol-asam asetat-air (2 : 1 : 1) (Nybom, 1964)
 - Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)
 - Cara KCKT dengan menggunakan kolom fase balik seperti μ Bondapak C18 atau Li Chrosorb RP-18 ideal untuk analisis kuantitatif antosianin dalam jaringan bunga (Strack dkk., 1980)
 - Di sini diperlukan pengembang asam seperti air-asam asetat--metanol (71 : 10 : 19) atau berbagai perbandingan H_3PO_4 5%, asam asetat 20%. dan asetonitril 25% dalam air

Flavonol dan Flavon

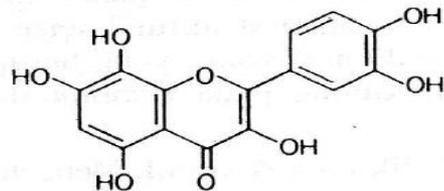
- Kimia dan Penyebaran
 - Flavonol sangat tersebar luas dalam tumbuhan, baik sebagai kopigmen antosianin dalam daun bunga maupun dalam daun tumbuhan tinggi, sering terdapat sebagai glikosida.
 - dikenal dua atau tiga ratus aglikon flavonol, yang umum hanya tiga saja: **kemferol** (pola hidroksilasi serupa dengan antosianidin dan pelargonidin), **kuersetin** (bandingkan dengan sianidin), dan **mirisetin** (bandingkan dengan delfinidin).
 - Flavon berbeda dengan flavonol karena pada flavon tak terdapat penyulihan 3 -hidroksi. Hal ini mempengaruhi serapan UV-nya, gerakan kromatografinya, serta reaksi warnanya, dan karena itu flavon dapat dibedakan dari flavonol berdasarkan ketiga sifat tersebut
 - Hanya ada dua flavon umum, yaitu **apigenin** dan **luteolin**; pola hidroksilasinya serupa dengan kemferol-dan kuersetin



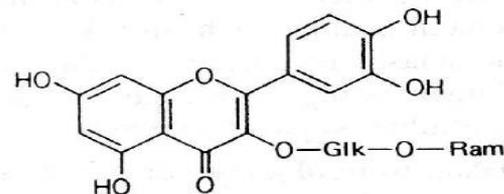
Kuersetin, $R_1 = R_2 = H$
 Isoramnetin, $R_1 = Me, R_2 = H$
 Azaleatin, $R_1 = H, R_2 = Me$



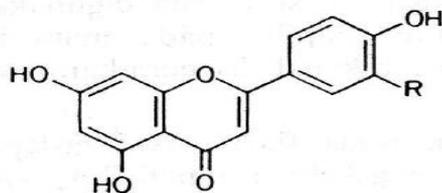
Kaemferol, $R = H$
 Mirisetin, $R = OH$



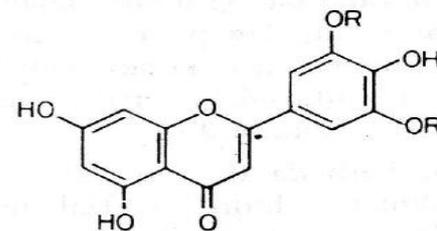
Gosipetin



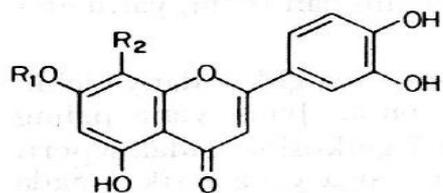
Kuersetin 3-rutinosida



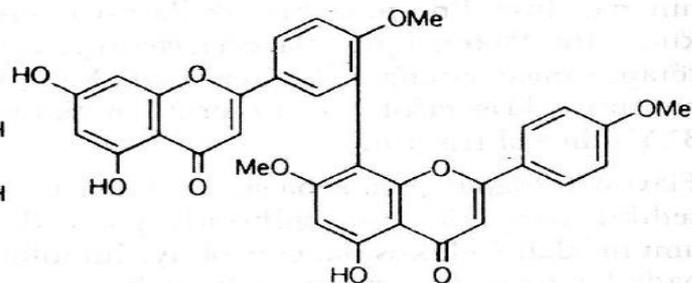
Apigenin, $R = H$
 Luteolin, $R = OH$
 Krisoeriol, $R = OMe$



Trisetin, $R = H$
 Trisin, $R = Me$



Luteolin 7-glukosida,
 $R_1 = Glk, R_2 = H$
 Orientin, $R_1 = H, R_2 = Glk$



Kayaflavon

Gambar 2.10 Struktur flavonol dan flavon

- Identifikasi
 - Hidrolisis Asam
 - Jaringan tumbuhan dihidrolisis dengan HCl 2M selama 30-40 menit pada suhu 100°C
 - Larutan yang telah didinginkan diekstraksi dua kali dengan etil asetat, lalu ekstrak dipekatan sampai kering
 - Sisanya dilarutkan dalam etanol untuk dikromatografi.
 - Flavonol dan flavon
 - Kelima senyawa yang umum, yaitu apigenin, luteolin, kemferol, kuersetin, dan mirisetin mudah dipisahkan dan diidentifikasi secara kromatografi kertas memakai pengembang Forestal dan pengembang fenol baku lainnya
 - Identifikasi dapat dipastikan dengan pengukuran spektrum

Tabel 2.13 Sifat flavonol dan flavon umum

Flavonoid	$R_F (\times 100)$ dalam			Warna dengan UV dan UV + NH ₃	λ maks dalam EtOH (nm)	Pergeseran dengan Na borat
	Forestal	BAA	PhOH.			
<i>Flavonol</i>						
Kemferol	55	83	58	kuning murup	268,368	0
Kuersetin	41	64	29		255,374	+
Mirisetin	28	43	13		256,378	+
Isoramnetin	53	74	66	kuning murup	254,369	0
Azaleatin	49	48	50	fluoresensi kuning	254,369	+
Gosipetin	26	31	12	hitam redup	262,278, 341,386	+
<i>Flavon</i>						
Apigenin	83	89	88	hartal redup	269,336	0
Luteolin	66	78	66	→ kuning	255,268,350	+
Krisoeriol	77	82	90	murup atau	252,269,350	0
Trisin	72	73	87	hijau-kuning	248,269,355	0
<i>Glikosilflavon</i>						
Viteksin	06	41	63	hartal redup	sebagai apigenin	
Isoviteksin	16	56	79	→ kuning		
Orientin	02	31	43	murup atau	sebagai luteolin	
Iso-orientin	09	41	51	hijau-kuning		
<i>Biflavonil</i>						
Kayaflavon	00	98	99	coklat redup	sebagai apigenin	

Keterangan pengembang: Forestal = HCl pekat - HOAc - H₂O (3 : 30 : 10); BAA = n-BuOH - HOAc - H₂O (4 : 1 : 5); PhOH = PhOH - H₂O (3 : 1).

- Glikosiflavon
 - C-glikosida ini tidak mudah larut dalam etil asetat seperti aglikon flavon, dan mereka mungkin saja tetap berada dalam lapisan air setelah hidrolisis
 - bila kita menduga ada senyawa tersebut, mendesak-garamkannya ke lapisan etil asetat dengan menambahkan amonium sulfat atau mengekstraksi lagi lapisan air dengan amilalkohol.
 - Orientin dan senyawa analog apigenin, yaitu viteksin, dapat dipisahkan dari induk flavon luteolin dan apigenin memakai kebanyakan pengembang

- Biflavonil
 - Pada kromatografi kertas senyawa ini bergerak ke garis depan dengan memakai kebanyakan pengembang
 - Tetapi mereka dapat dipisahkan dengan memuaskan pada kertas memakai butanol-amoniamonia 2M (1 :1); dalam pengembang ini kebanyakan flavon umum nisbi tak bergerak
 - KLT pada silika gel memakai pengembang toluena-etil format-asam format (5 : 4: 1) merupakan cara lain yang berguna untuk memisahkan biflavonil.

- O –glikosida
 - Senyawa ini cocok dipisahkan secara kromatografi kertas memakai pengembang seperti BAA, air, dan asam asetat 15%.
 - pemisahan dua arah dilakukan memakai BAA dan asam asetat 5% atau 15%

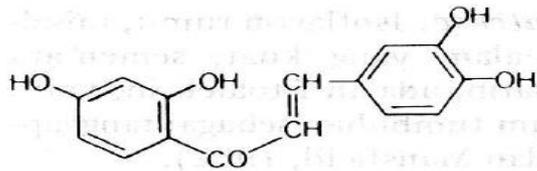
Tabel 2.14 Angka R_F beberapa kuersetin glikosida

Kuersetin glikosida*	$R_F (\times 100)$ dalam			Warna dengan UV \rightarrow UV + amonia
	BAA	Air	HOAc 15%	
3-Arabinosida	70	07	31	coklat redup \rightarrow kuning murup
3-Xilosida	65	06	32	
3-Glukosida	58	08	37	
3-Galaktosida	55	09	35	
3-Ramnosida	72	19	49	
3-Glukuronida	40	69	38	
3-Rutinosida	45	23	51	kuning murup kuning redup
7-Glukosida	32	00	10	
4'-Glukosida	48	01	12	

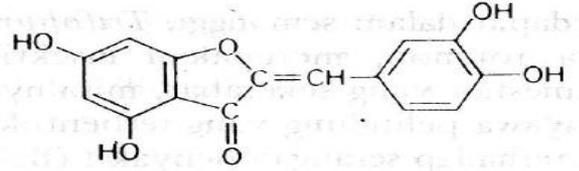
* Banyak yang mempunyai nama 'sederhana', misalnya, rutin untuk 3-rutinosida, isokuersitrin untuk 3-glukosida, kuersitrin untuk 3-ramnosida.

Flavonoid minor, xanton, dan stilbena

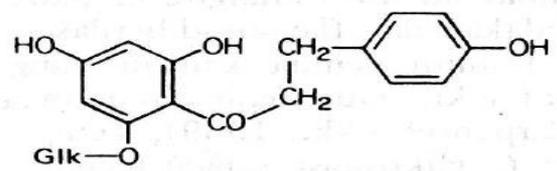
- Kimia dan Penyebaran
 - Chalkon, auron, flavonon, dihidrokhalkon, dan isoflavon disebut “flavonoid minor” karena penyebaran masing-masing kelas ini terbatas
 - Chalkon dan auron merupakan 'antoklor', yaitu pigmen kuning yang dapat dideteksi berdasarkan kenyataan bahwa bila daun bunga yang berwarna kuning diasapi dengan asap basa dari sebatang cerutu, atau diuapi dengan uap amonia warnanya berubah menjadi jingga atau merah.
 - Senyawa ini terdapat khas dalam Compositae (terutama Coreopsis), tetapi telah diketahui pula terdapat pada lebih dari 10 suku lain.
 - Flavonon merupakan isomer khalkon dan kedua kelas senyawa ini berantar-alih bentuk secara in vitro
 - Xanton ialah pigmen fenol kuning yang reaksi warnanya serta gerakan kromatografinya serupa dengan flavonoid
 - Hidroksistilbena, secara biogenetik, sekerabat dengan Chalkon, tetapi kerangka dasarnya kurang satu atom karbon, yaitu $C_6-C_2-C_6$.



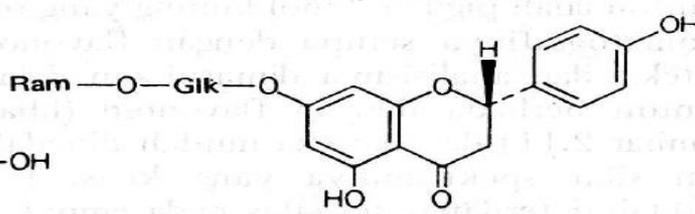
Khalkon : Butein



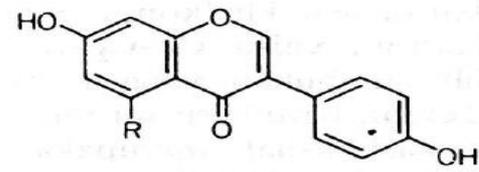
Auron : Aureusidin



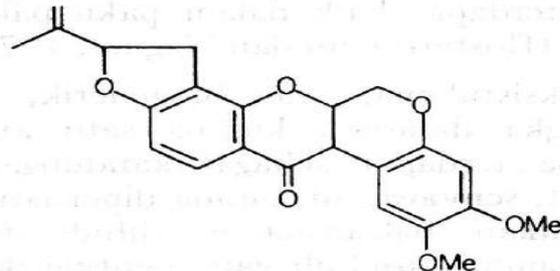
Dihidrokhalkon : Floridzin



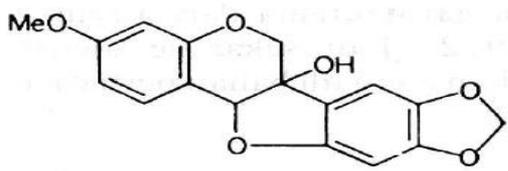
Flavanon : Naringin



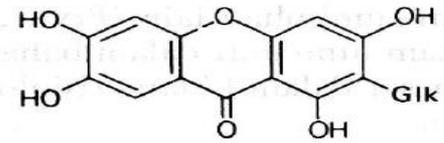
**Isoflavon : Daidzein (R = H)
Genistein (R = OH)**



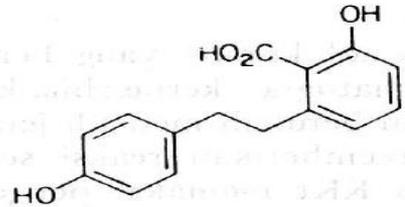
Isoflavanoid: Rotenon



Kumestan : Pisatin



Xanton : Mangiferin



Dihidrostitilbena : Asam lunularat

Gambar 2.11 Struktur flavonoid minor

- Identifikasi
 - Chalkon
 - Chalkon adalah pigmen fenol kuning yang berwarna coklat kuat dengan sinar UV bila dikromatografi kertas
 - bila kertas diuapi dengan uap amonia warna mungkin berubah menjadi jerau kuat, walau pun beberapa Chalkon tidak memberikan reaksi seperti itu
 - Chalkon mudah dipisahkan dengan Kkt memakai pengembang yang biasa
 - KLT dapat dilakukan pada silika gel memakai dapar natrium asetat dan pengembang benzena-etil asetat-asam format (9 :7 :4).
 - Aglikon Chalkon dapat dibedakan dari glikosidanya, karena hanya pigmen dalam bentuk glikosida yang dapat bergerak pada kromatografi kertas dalam pengembang air
 - Chalkon menunjukkan puncak yang lebar antara 365 dan 390 nm di daerah spektrum tampak, ini berbeda dengan auron (spektrum tampak λ_{max} 390- 430 nm).

- Auron
 - Seperti khalkon, senyawa ini tampak pada kromatogram kertas berupa bercak kuning
 - Dengan sinar UV mereka tampak berbeda; warna auron kuning kuat dan berubah menjadi merah jingga bila diuapikan amonia
- Flavanon
 - Flavanon adalah senyawa tanwarna yang tak dapat dideteksi pada pemeriksaan kromatografi kecuali bila kita menggunakan penyemprot kromogen
 - Cara yang cocok untuk mendeteksi 3-hidroksiflavonon (atau dihidroflavonol) pada kertas ialah dengan menggunakan serbuk seng yang ditebarkan pada kertas, lalu disemprot dengan HCl 2M

Senyawa dan golongan	$R_F(\times 100)$ dalam			warna dengan UV dan UV + NH_3	maks dalam EtOH (nm)	Basa $\Delta\lambda$
	BAA	Air	PhOH			
<i>Khalkon</i>						
Isolikuiritigenin	89	00	90	} coklat tua → jerau	235,372	+ 70
Butein	78	00	66		263,382	takmantap
Isolikuiritigenin						
4'-glukosida	61	06	80		240,372	+ 53
Isosalipurposida	67	04	36		240,369	+ 72
<i>Auron</i>						
	BAA	HOAc 30%	PhOH			
Sulfuretin	80	19	70	} kuning murup → jingga merah	257,279,399	+ 65
Aureusidin	57	10	29		254,269,399	takmantap
Aureusidin						
4-glukosida	49	25	45		255,267,405	+ 45
Aureusidin						
6-glukosida	28	16	35	272,322,405	+ 85	
<i>Flavanon</i>						
	BAA	Air	HOAc 30%			
Naringenin	89	16	66	} lembayung lemah → hijau-kuning muda lembayung lemah	224,290,325	+ 37
Hesperitin	89	11	67		226,288,300	+ 40
Hesperidin	48	50	85		225,286,330	+ 77,
Naringin	59	62	87		226,284,330	+ 143
Dihidrokuersetin	78	28	67		228,289,325	+ 25
<i>Dihidrokhalkon</i>						
Floridzin	75	30	73	kuning lemah	224,285,315†	+ 41
<i>Isoflavon</i>						
	BAA	Air	KLT*			
Daidzein	92	08	36	} lihat nas	250,260,302	+ 30
Genistein	94	04	41		263,325†	+ 10
<i>Xanton</i>						
Mangiferin	45	12	—	pinang masak → hijau-kuning	242,258, 316,364	—

* KLT pada silika gel dengan pengembang metanol 11% dalam kloroform.

- Dihidrokhalkon
 - Senyawa ini dipisahkan secara kromatografi kertas memakai pengembang yang biasa
 - dideteksi dengan menyemprot kertas dengan p-nitroanilina yang terdiazotasi. dan dengan $AlCl_3$ dalam alkohol.
- Isoflavon
 - Isoflavon sukar dicirikan karena reaksinya tidak khas dengan pereaksi warna mana pun
 - Beberapa isoflavon (misalnya daidzein) memberikan warna biru muda cemerlang dengan sinar UV bila diuapi amonia, tetapi kebanyakan yang lain (misalnya genistein) tampak sebagai bercak lembayung pudar yang dengan amonia berubah menjadi coklat pudar.
 - Untuk memeriksa tumbuhan, disarankan memakai KLT pada silika gel dengan pengembang metanol 11% dalam kloroform, dan mendeteksi memakai pereaksi Folin-Ciocalteu.

Contoh Isolasi Chalkon



*Scientia
Pharmaceutica*



ÖSTERREICHISCHE
PHARMAZEUTISCHE
GESELLSCHAFT



Article

4-Hydroxyderricin Isolated from the Sap of *Angelica keiskei* Koidzumi: Evaluation of Its Inhibitory Activity towards Dipeptidyl Peptidase-IV

Diah Lia Aulifa ^{1,2,*} , I Ketut Adnyana ³, Jutti Levita ⁴  and Sukrasno Sukrasno ¹

¹ Pharmaceutical Biology Research Group, School of Pharmacy, Bandung Institute of Technology, Jl. Ganesha 10, Bandung 40132, Indonesia; sukras@fa.itb.ac.id

² Department of Pharmaceutical Biology, Indonesian School of Pharmacy (Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia), Jl. Soekarno-Hatta No 354, Bandung 40266, Indonesia

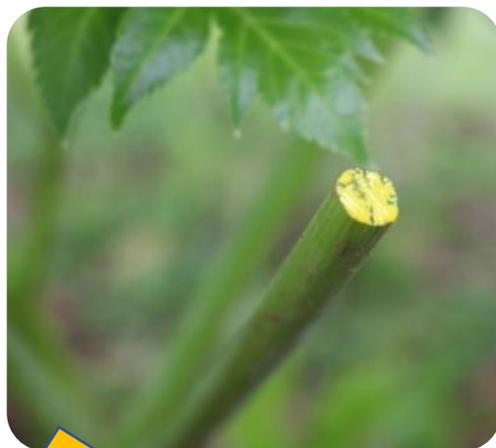
³ Department of Pharmacology and Toxicology, School of Pharmacy, Bandung Institute of Technology, Jl. Ganesha 10, Bandung 40132, Indonesia; ketut@fa.itb.ac.id

⁴ Department of Pharmacology and Clinical Pharmacy, Faculty of Pharmacy, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Bandung-Sumedang km. 21, West Java 45363, Indonesia; jutti.levita@unpad.ac.id

* Correspondence: diahliaaulifa@stfi.ac.id; Tel.: +62-81-22402-560

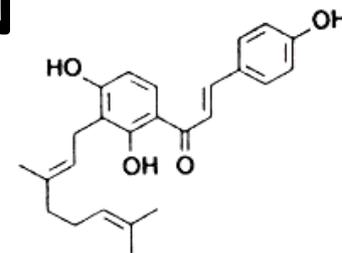
INTRODUCTION

The root and the stem of *Angelica keiskei* (Ashitaba) contains yellow sap

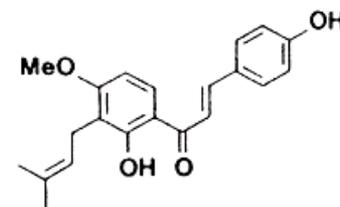


The molecular mechanism of its anti-hyperglycemic action **HAS NOT BEEN EXPLORED.**

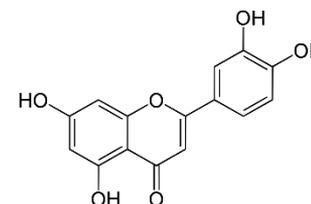
To predict the binding modes of xanthoangelol, 4-hydroxyderricin and cynaroside with Dipeptidyl Peptidase-IV (DPP-IV)



Xanthoangelol



4-hydroxyderricin



Cynaroside

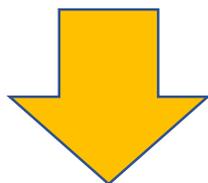
Based on empirically and researched, Ashitaba extract could lowers cholesterol, glucose, insulin levels in C57BL/6 strain mice and prevent adiposity through modulating lipid metabolism (Akihisa, et al., 2003; Enoki, et al., 2007; Sarker and Nahar, 2004Zhang, et al., 2015).

ISOLATION STEPS

Liquid-liquid extraction of the freeze-dried sap



Further separation using column Chromatography



Characterization of the compounds →
UV and H-,C-NMR, HSQC, HMBC



Hasil Penelitian Tahap 1: Isolasi (1)



Serbuk getah batang (x gram)

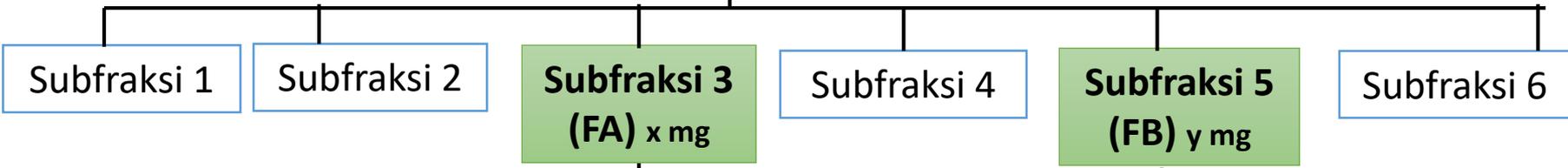
Serbuk dilarutkan dalam air-etanol (7:3)
Ekstraksi cair-cair (n-heksan, etil asetat, air)

Fraksi n-heksan (4,3 %)

Fraksi etil asetat (58,6 %)

Fraksi air (16,1 %)

x gram fraksi etil asetat, Kromatografi kolom silika 60
Teknik elusi gradien (heksan, aseton, etanol)



Kromatografi kolom silika 60
Teknik elusi gradien (heksan, aseton)



Isolat 1a
(24,7 mg)



Isolat 1b
(25 mg)



Isolat 2
(194,2 mg)

Kromatografi kolom silika 60
Teknik elusi gradien (heksan, aseton)

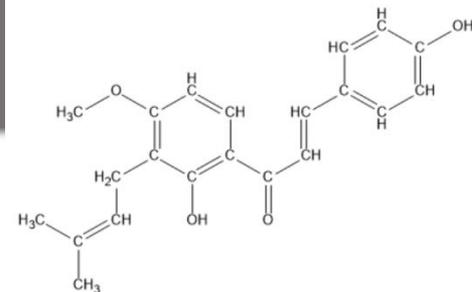
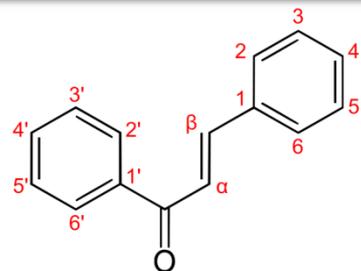
Karakterisasi dengan UV dan H- dan C-NMR, HSQC, HMBC

Masih dalam proses karakterisasi (UV dan NMR)

Karakterisasi dengan UV dan H- dan C-NMR, HSQC, HMBC

Hasil Penelitian Tahap 1: Isolasi (lanjutan)

Isolat 1



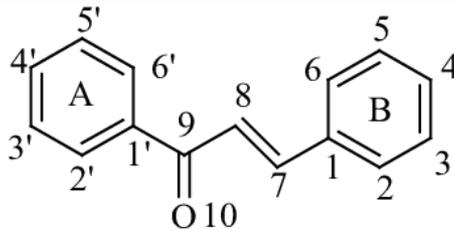
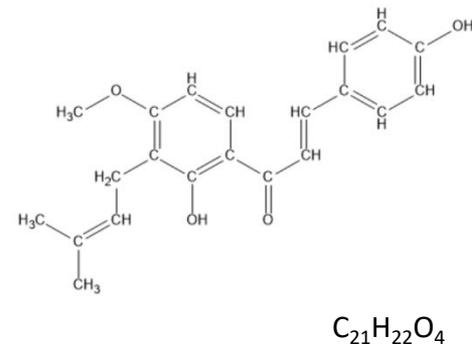
4-hidroksiderisin

$C_{21}H_{22}O_4$

Isolat 1 (pelarut $CDCl_3$)				4-hidroksiderisin (Kim, et al 2013) (pelarut $CDCl_3$)		
δC (bpj)	δH (bpj)	CH (HSQC)	Posisi	δH (bpj)	CH	Posisi
17.88	1.63	3H,s, -CH ₃	4''	1.60	(3H,s,4''-CH ₃)	4''
22.27	3.36	2H,d, -CH ₂	1''	3.31	(1H, d, J=7.0 Hz, 1''-H)	1''
25.89	1.77	3H,s, -CH ₃	5''	1.71	(3H, s, 5''-CH ₃)	5''
56.32	3.95	3H,s, OCH ₃	4'	3.82	(3H, s, 4-OCH ₃)	4'
103.19	6.67	1H,d, -CH	5'	6.41	(1H, d, J=9.0 Hz, 5'-H)	5'
116.79	6.93	2H,d, -CH	3,5	6.79	(2H, d, J=8.5 Hz, 3,5-H),	3,5
117.60	7.73	1H,d, -CH, α	α	7.36	(1H, d, J=15.4 Hz, α),	α
118.38	7.80	2H,d, -CH	2,6	7.70	(2H, d, J=9.4 Hz, 2,6-H),	2,6
123.16	5.21	1H, t, =CH	2''	5.30	(1H, t, J=7.0 Hz, 2''-H)	2''
127.59						
130.76	8.13	1H,d,-CH	6'	7.70	(1H, d, J=9.4 Hz, 6'-H),	6'
131.84			3''			
145.35	7.84	1H,d,-CH, β	β	7.72	(1H, d, J=15.4 Hz, β),	β
	13.76	1H,s,-OH	2'	13.38	(1H, s, 2'-OH)	2'
161.06						
163.38						
163.79						
164.14						
164.18						
193.46		C=O				

Hasil Penelitian Tahap 1: Isolasi (lanjutan)

Diah_isolat1_1H



O-CH₃

-C-H,β

-C-H

-C-H,α

-H, aromatik

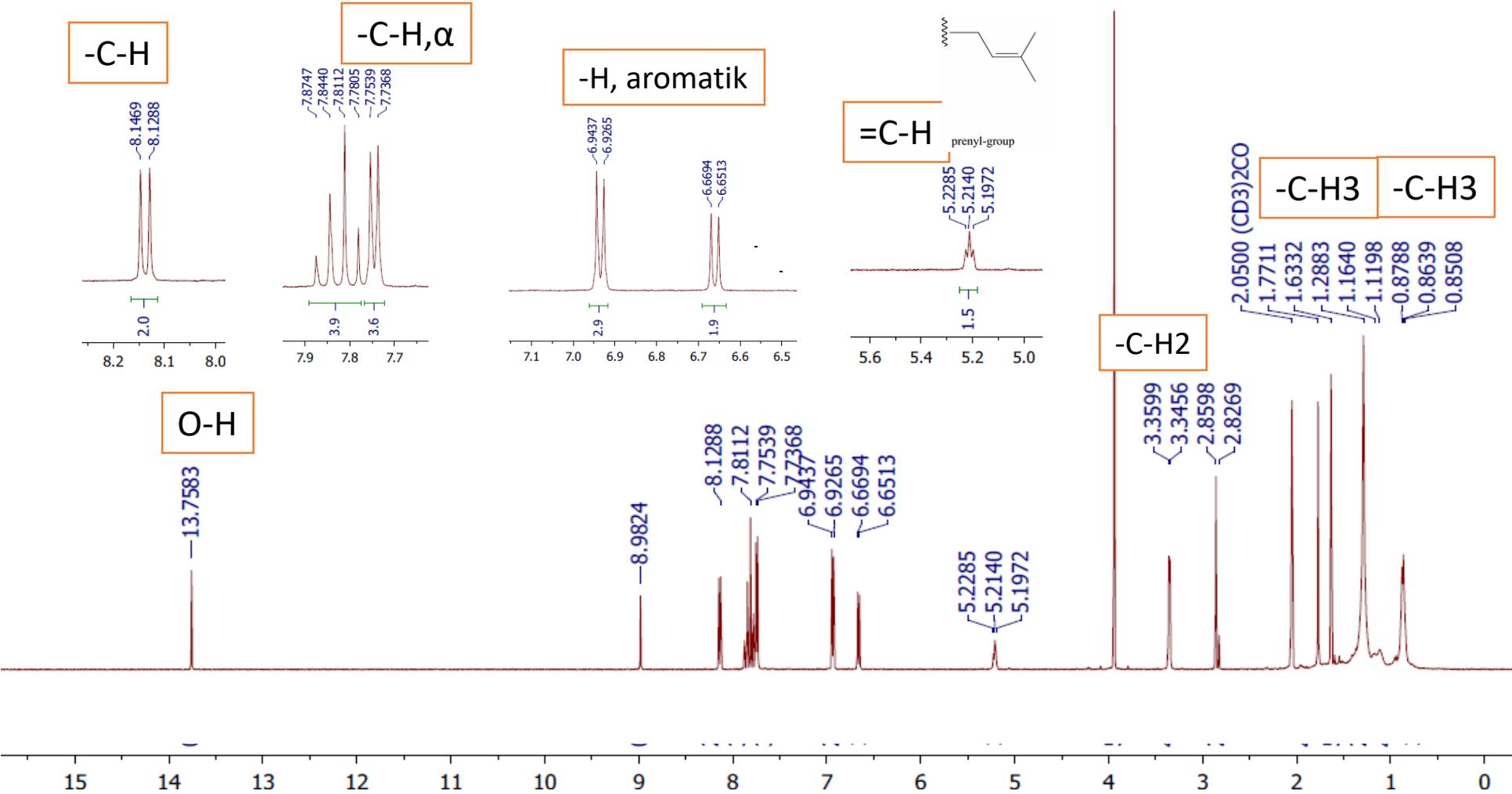
=C-H
prenyl-group

-C-H3

-C-H3

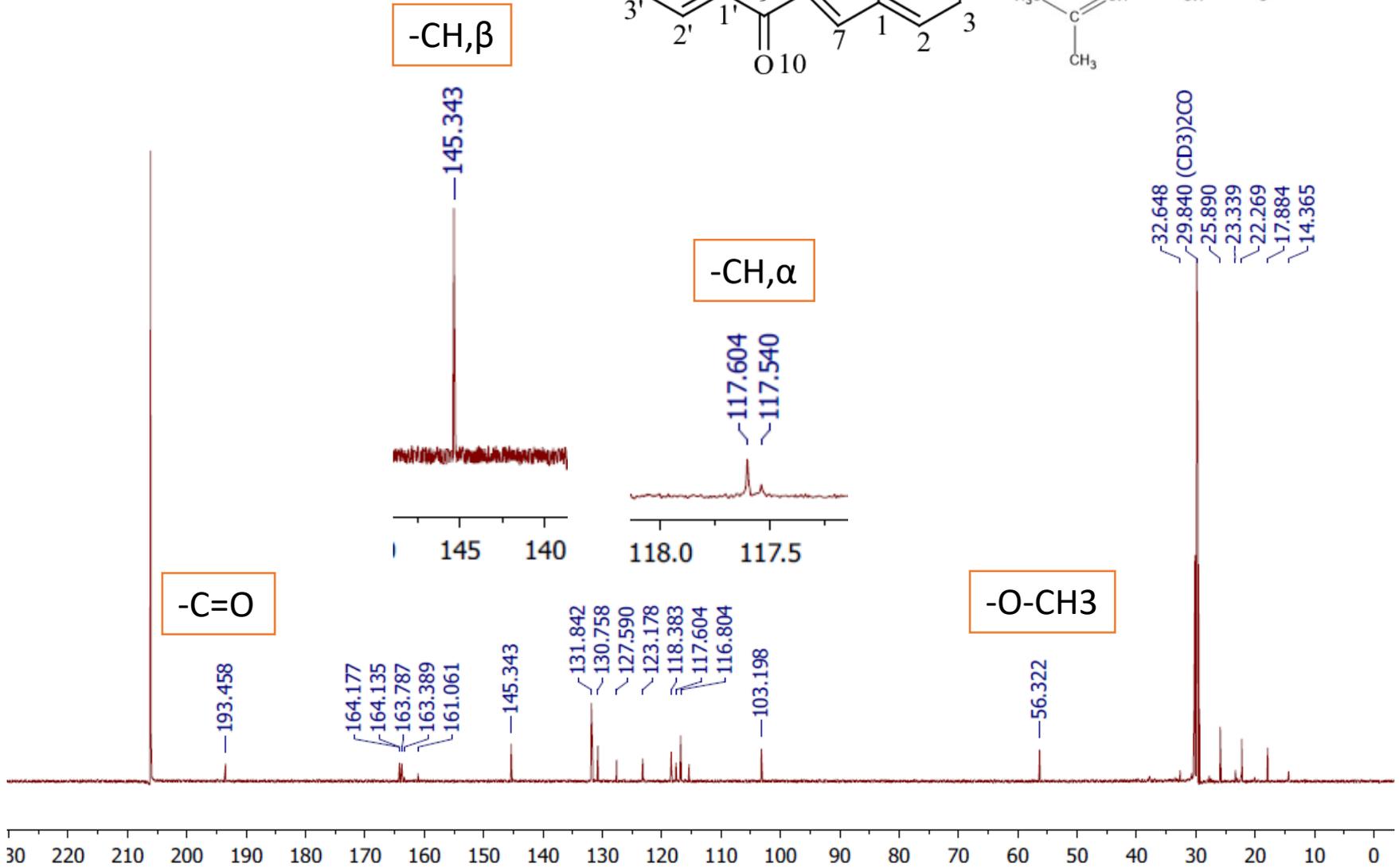
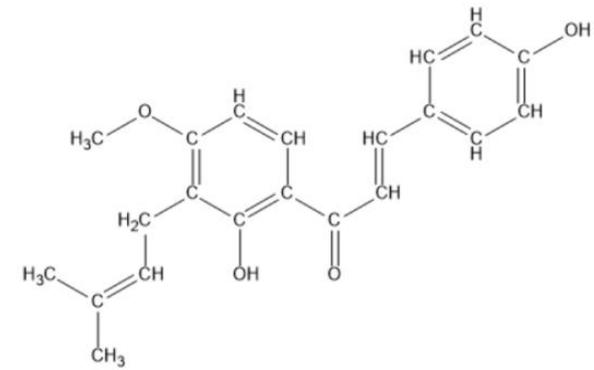
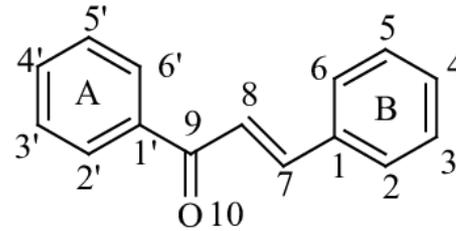
-C-H2

O-H



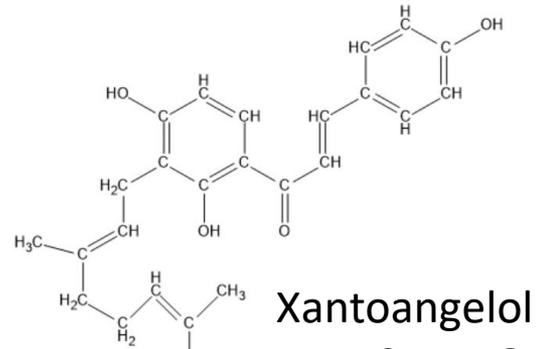
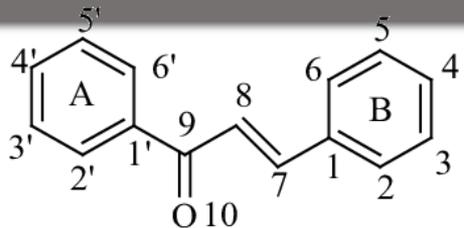
Hasil Penelitian Tahap 1: Isolasi (lanjutan)

Diah_isolat1_13C2



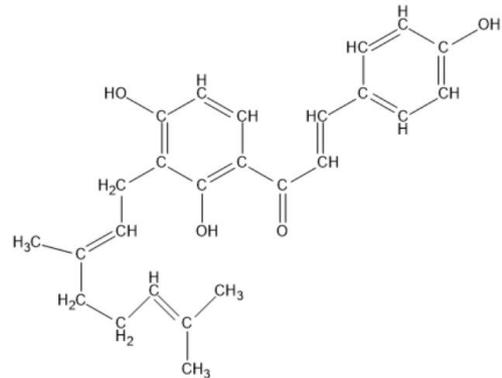
Hasil Penelitian Tahap 1: Isolasi (lanjutan)

Isolat 2



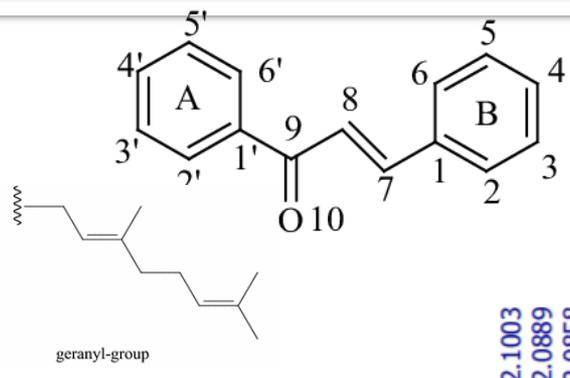
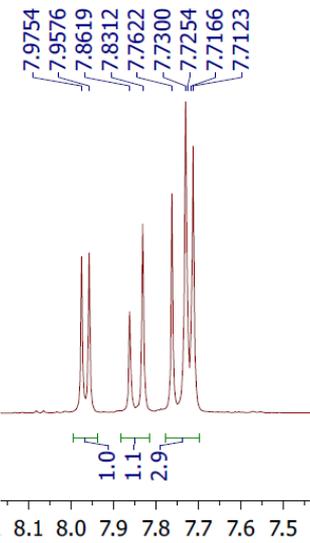
Isolat 2 (pelarut CDCl ₃)				Xanthoangelol Kim, et al 2013 (pelarut CDCl ₃)		
δ C (bpj)	δ H (bpj)	CH	posisi	δ H (bpj)	CH	posisi
15.46	1.81	(3H, s, -CH ₃)	3''	1.85	(3H, s, 3''-CH ₃),	3''
16.87	1.55	(3H, s, -CH ₃)	7''	1.59	(3H, s, 7''-CH ₃),	7''
21.40	3.41	(1H, d, -CH)	1''	3.49	(1H, d, J=7.1 Hz, 1''-H),	1''
24.97	1.61	(3H, s, -CH ₃)	8''	1.63	(3H, s, 8''-CH ₃),	8''
26.55	2.06	(2H, m, -CH ₂)	5''	2.10	(2H, m, 5''-H),	5''
39.66	1.98	(2H, m, -CH ₂)	4''	2.08	(2H, m, 4''-H),	4''
107.27	6.55	(1H, d, -CH)	5'	6.43	(1H, d, J=8.9 Hz, 5'-H),	5'
113.51						
115.91	6.94	(2H, d, -CH)	2,6	7.55	(2H, d, J=8.5 Hz, 2,6-H),	2,6
117.54	7.76	(1H, d)	α	7.46	(1H, d, J=15.4 Hz, α),	α
130.81	7.72	(2H, d, -CH)	3,5	6.88	(2H, d, J=8.5 Hz, 3,5-H),	3,5
122.35	5.32	(1H, t, -CH),	2''	5.30	(1H, t, J=7.1 Hz, 2''-H),	2''
124.24	5.08	(1H, m, -CH),	6''	5.05	(1H, m, 6''-H),	6''
127.52						
	13.75	(1H, s, -OH)	2'	13.88	(1H, s, 2'-OH)	2'
129.33	7.97	(1H, d, -CH)	6'	7.72	(1H, d, J=8.9 Hz, 6'-H),	6'
131.50						
131.63						
135.41						
144.03	7.85	(1H, d)	β	7.83	(1H, d, J=15.4 Hz, β),	β
162.90						
162.72						
165.14						
192.92		(C=O)				

Hasil Penelitian Tahap 1: Isolasi (lanjutan)

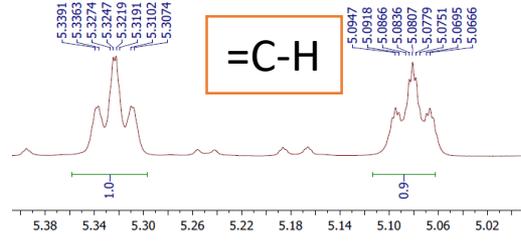


Diah-isolat2_1H

-C-H,β **-C-H,α**



=C-H

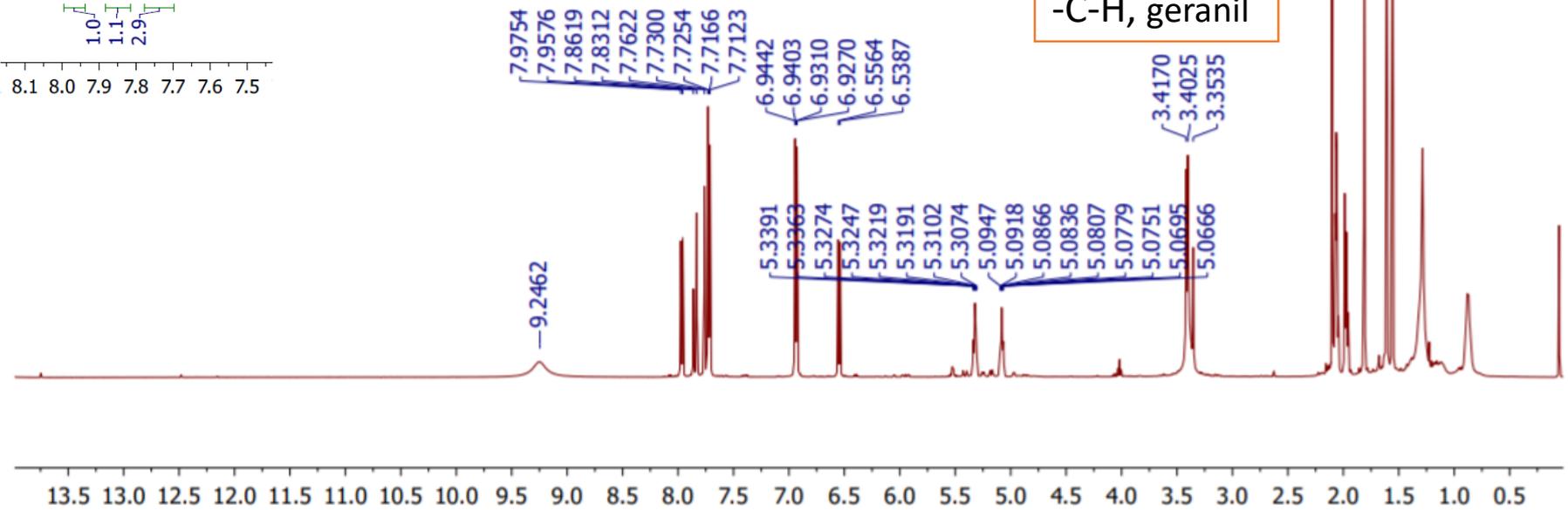


=C-H

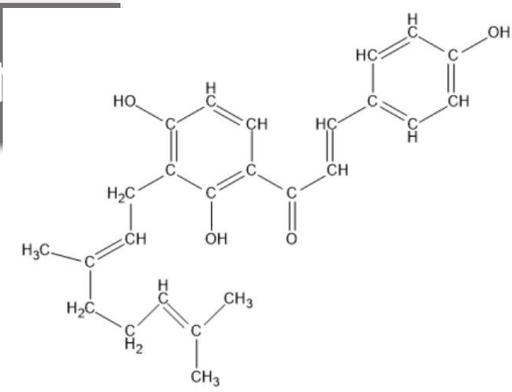
-C-H3



-C-H, geranyl

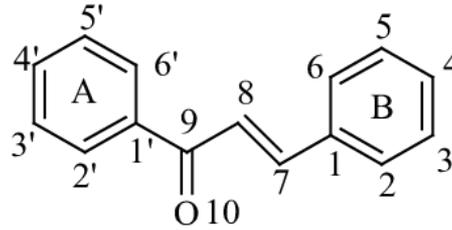


Hasil Penelitian Tahap 1: Isolasi (lanjutan)



Diah-isolat2_13C

-CH, β



-CH₃

