

Senyawa steroid yang bersifat toksik dari kulit batang *Aglaia smithii* (Meliaceae)

Desi Harneti,¹⁾ Tri Mayanti,¹⁾ Agus Safari,¹⁾ Nurlelasari,¹⁾ Unang Supratman,^{1,*}
and Hideo Hayashi,²⁾

¹⁾Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran,
Jatinangor, Sumedang 45363

²⁾Division of Applied Life Sciences, Graduate School of Life and Environmental Sciences,
Osaka Prefecture University, Gakuen-cho, Sakai, Osaka 599-8531, Japan

Abstract

Three steroid compounds, stigmasterol (**1**), stigmasterol-5,24-diene-3 β -ol (**2**) and cytosterol-3 β -D-galactose (**3**), were isolated from the bark of *Aglaia smithii* (Meliaceae). The chemical structure of compounds **1-3** were identified by spectroscopic data and comparison with those previously reported. Compounds **1-3** were evaluated for their toxic effects against brine shrimp (*Artemia salina*). Compounds **1-3** showed toxic against *Artemia salina* with LC₅₀ 58.3, 38.5, and 17.1 μ g/mL, respectively.

Keywords: Meliaceae, *Aglaia smithii*, stigmasterol, toxic activity, *Artemia salina*

Abstrak

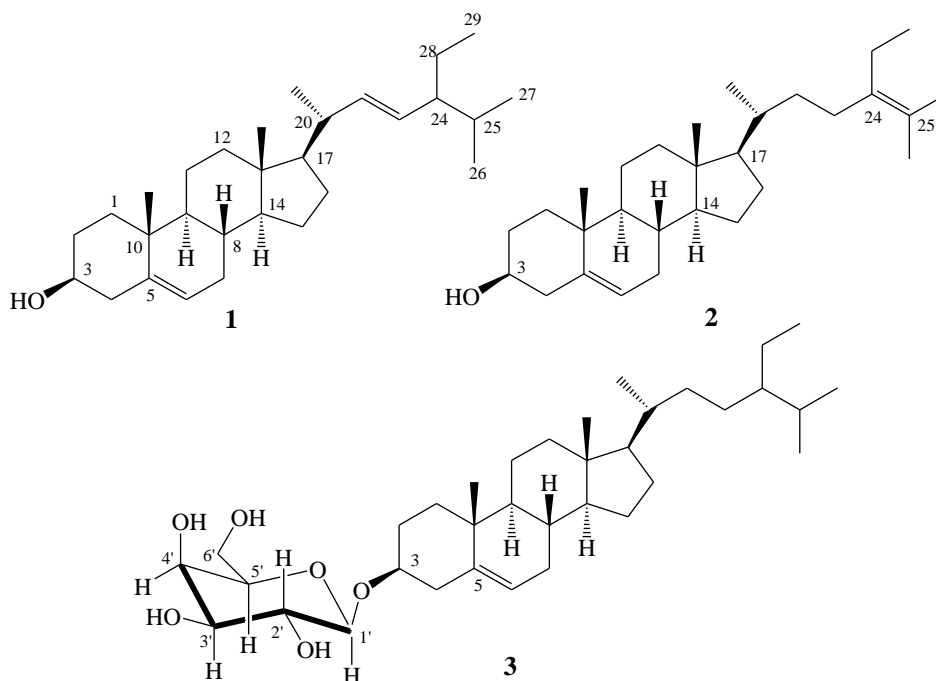
Tiga senyawa steroid, stigmasterol (**1**) stigmast-5,24-dien-3 β -ol (**2**) dan 3 β -D-galaktosa-sitosterol diisolasi dari kulit batang *Aglaia smithii* (Meliaceae). Struktur kimia senyawa **1-3** diidentifikasi berdasarkan data-data spektroskopi dan perbandingan data spektra yang diperoleh sebelumnya. Senyawa **1-3** dievaluasi aktivitas toksiknya terhadap benur udang (*Artemia salina*). Senyawa **1-3** menunjukkan aktivitas toksik yang kuat terhadap *Artemia salina* dengan LC₅₀ berturut-turut, 58,3; 38,5 dan 17,1 μ g/mL.

Kata kunci: Meliaceae, *Aglaia smithii*, stigmasterol, aktivitas toksik, *Artemia salina*

*Alamat untuk korespondensi: u_supratman@unpad.ac.id

PENDAHULUAN

Genus *Aglaia* (Meliaceae) terdiri dari lebih 150 spesies dan terdistribusi di India, Malaysia, Indonesia dan Australia, yang mana 30 spesies terdapat di Indonesia.¹⁾ Berbagai triterpenoid^{2,3)} (sikloartan, damaran, dan tirukalan), flavaglin⁴⁾ (siklopenta[*b*]benzofuran, siklopenta[*bc*]benzopiran, dan benzo[*b*]oksepin), dan sterol^{5,6,7)} telah diisolasi dari genus ini. Khususnya golongan sterol telah menunjukkan aktivitas biologi yang menarik, seperti anti-jamur, cytotoxic, dan insektisidal.⁸⁾ Sebagai tambahan, aktivitas toksik yang kuat telah diamati untuk senyawa steroidal tertentu. Dalam penelitian berkelanjutan kami untuk mencari senyawa-senyawa bioaktif baru dari tumbuhan *Aglaia* Indonesia, ekstrak metanol kulit batang *Aglaia smithii* ditemukan menunjukkan aktivitas toksik yang kuat terhadap larva *Artemia salina*. Tumbuhan *Aglaia smithii* merupakan tumbuhan tinggi dan terdistribusi di negara-negara Asia Tenggara.⁹⁾ Tumbuhan ini telah digunakan secara tradisional untuk perlakuan terhadap penyakit diare, luka dan penyakit kulit.¹⁰⁾ Meskipun senyawa-senyawa metabolit sekunder telah banyak dilaporkan sebelumnya dari genus *Aglaia* namun kandungan senyawa metabolit sekunder dari *A. smithii* belum dilaporkan. Isolasi, penentuan struktur dan aktivitas toksik senyawa sterol terhadap *Artemia salina* akan dijelaskan pada penelitian ini.



Gambar 1. Struktur kimia senyawa 1-3

PERCOBAAN

Umum. Titik leleh ditentukan dengan ‘*micro melting point apparatus*’ dan tidak terkoreksi. Spektra IR diukur dengan spektrometer FTIR Shimadzu 8400 dan FTIR spectrum One Perkin Elmer. Spektra massa dicatat dengan menggunakan LC-MS, Mariner Biospectrometry, Hitachi L-6200, sistem ESI (*Electrospray Ionization*), positive ion mode dan Shimadzu LCMS solution, negative ion mode dan ^1H - dan ^{13}C -NMR spectra diperoleh dari spektrometer NMR JEOL JNM ECA-500. Pergeseran kimia diberikan pada skala δ (ppm) dengan TMS sebagai standar internal. Kolom kromatografi dilakukan menggunakan Silica gel Merck (70-270 dan 230-400 Mesh), dan analisis KLT pada pada plat (Merck Kieselgel 60 F₂₅₄, 0,2 mm), noda pada KLT ditampakkan dengan pereaksi penampak noda asam sulfat 10% dalam etanol.

Uji Hayati.^{11,12} Telur brine shrimp (*Artemia salina*) disemaikan dalam 100 mL larutan garam (3,8%) dalam aquades menggunakan beaker glass selama 48 jam pada temperatur 25°C. Sebanyak 10 larva udang dalam 1 mL air laut dimasukkan ke dalam vial uji, kemudian ditambahkan 100 μL larutan sampel. Untuk setiap konsentrasi dilakukan 3 kali pengulangan. Sebagai kontrol dilakukan dengan 100 μL larutan blanko kemudian ditambahkan air laut hingga 1 mL. Pengamatan dilakukan setelah 24 jam dengan menghitung jumlah larva udang yang masih hidup dan yang sudah mati. Nilai LC₅₀ ditentukan dengan program komputer sederhana untuk analisis probit pada taraf kepercayaan 95%. Suatu fraksi atau ekstrak dikatakan aktif bila mempunyai nilai LC₅₀ \leq 1000 $\mu\text{g/mL}$, untuk senyawa murni dikatakan aktif bila mempunyai nilai LC₅₀ \leq 30 $\mu\text{g/mL}$.

Bahan Tumbuhan. Batang tumbuhan *Aglaia smithii* diperoleh dari Kebun Raya Bogor, Bogor, Jawa Barat, Indonesia pada bulan April 2008. Tumbuhan ini diidentifikasi oleh Staf di Herbarium Bogoriense, Bogor, Indonesia dan spesimen disimpan di herbarium tersebut.

Ekstraksi dan Isolasi. Kulit batang kering *Aglaia smithii* (5 kg) diekstraksi secara tuntas dengan metanol (12 L) pada temperatur kamar selama 3 hari. Ekstrak metanol diuapkan dibawah tekanan vakum sehingga diperoleh ekstrak kental (286 g). Ekstrak metanol selanjutnya dilarutkan dalam metanol-air (8:2) dan dipartisi berturut-turut dengan *n*-heksana dan etil asetat. Fraksi *n*-heksana (13,9 g) di pisahkan dengan kolom kromatografi pada silika gel 60

menggunakan pelarut *n*-heksana-etil asetat yang meningkat kepolarannya sehingga dihasilkan fraksi A-F, digabungkan berdasarkan analisis KLT. Fraksi B (320 mg) dikromatografi pada kolom silika gel (70-230 mesh), dielusi berturut-turut dengan gradien pelarut *n*-heksana-aseton (20:1 sampai dengan 1:2), diperoleh tujuh subfraksi (B1-B7). Subfraksi B3 dikromatografi pada kolom silika gel, dielusi dengan *n*-heksana-aseton (1:1), menghasilkan senyawa **1** (28 mg). Fraksi D (190 mg) dikromatografi pada kolom silika gel, dielusi berturut-turut dengan gradien pelarut CHCl₃-MeOH (20:1 sampai dengan 5:1), dihasilkan sepuluh subfraksi (D1-D10). Subfraksi D3 dikromatografi pada kolom silika gel, dielusi dengan CHCl₃-MeOH (9,5:0,5), dihasilkan senyawa **2** (32 mg). Fraksi etil asetat (38 g) difraksionasi dengan kolom kromatografi pada silika gel 60 menggunakan gradien pelarut *n*-heksana-etil asetat dihasilkan fraksi G-P, digabungkan berdasarkan analisis KLT. Fraksi K (350 mg) dikromatografi pada silika gel, dielusi berturut-turut dengan CHCl₃-MeOH (20:1 sampai dengan 1:2), dihasilkan senyawa **3** (126 mg).

Stigmasterol (1). Kristal jarum putih, t.l. 164-165 °C, IR (KBr) ν_{maks} : 3401, 1620, dan 1075 cm⁻¹. ¹H NMR (CDCl₃, 500 MHz), lihat Tabel 1; ¹³C NMR (CDCl₃, 125 MHz), lihat Tabel 1; LC-MS (*m/z* 413,3, [M+H]⁺).

Stigmast-5,24-diene-3 β -ol (2). Kristal jarum putih, t.l. 277-280 °C, IR (KBr) ν_{maks} : 3401, 1620, dan 1023 cm⁻¹. ¹H NMR (CDCl₃, 500 MHz), lihat Tabel 1; ¹³C NMR (CDCl₃, 125 MHz), lihat Tabel 1.

3 β -D-galaktosaitosterol (3). Padatan amorf tidak berwarna, IR (KBr) ν_{maks} : 3423, 1628, 1462, dan 1022 cm⁻¹. ¹H NMR (CDCl₃, 500 MHz), lihat Tabel 1; ¹³C NMR (CDCl₃, 125 MHz), lihat Tabel 1.

PEMBAHASAN

Senyawa **1** diperoleh berupa kristal jarum putih, dengan titik leleh 164-165°C. Rumus formula senyawa **1** ditetapkan sebagai C₂₉H₄₈O berdasarkan data LC-MS (m/z 413,3, [M+H]⁺) dan NMR data (Tabel 1), dengan demikian senyawa **1** memiliki 6 derajat ketidakjenuhan. Spektrum inframerah (IR) menunjukkan pita serapan yang berasal dari gugus hidroksil (3401 cm⁻¹), olefinik (1620 cm⁻¹), dan C-O (1075 cm⁻¹). Spektra ¹³C-NMR bersama dengan DEPT menyatakan 29 sinyal karbon yang terdiri dari enam karbon metil, sebelas karbon metilen, lima karbon metin, dua karbon kuartener, satu karbon metin teroksigenasi, satu karbon *sp*² kuartener, tiga karbon *sp*² metin, dengan demikian diduga bahwa senyawa **1** merupakan struktur tetrasiklik yang sesuai dengan kerangka dasar steroid stigmastan yang mengandung satu gugus hidroksi dan dua ikatan rangkap.¹³⁾ Adanya kerangka steroid stigmastan didukung pula dengan spektrum ¹H-NMR, dimana terdapat dua sinyal singlet dari metil tersier pada (δ_H 0,66 dan 1,00), tiga sinyal doublet dari metil sekunder pada (δ_H 0,82; 0,83 dan 1,02), satu sinyal triplet dari metil primer pada δ_H 0,79, dan tiga sinyal proton olefenik pada δ_H 5,32; 5,13 dan 5,12.¹³⁾ Stereokimia gugus hidroksi pada C-3, ditetapkan berdasarkan harga tetapan penjodohan proton pada C-3, dimana memiliki harga ³*J* 6,7 Hz, menunjukkan bahwa posisi proton 2 dan 3 berorientasi aksial-aksial, sedangkan gugus hidroksi pada C-3 berposisi ekuatorial (3 β -)¹⁴⁾. Pengamatan ini bersama dengan kemiripan data spektra dan sifat-sifat fisikokimia antara senyawa **1** dan stigmasterol yang sebelumnya telah dilaporkan,¹⁵⁾ memberi dukungan kuat bahwa senyawa **1** merupakan stigmasterol.

Senyawa **2** diperoleh berupa kristal jarum putih, dengan titik leleh 277-280 °C. Rumus formula senyawa **2** ditetapkan sebagai C₂₉H₄₈O berdasarkan data NMR (Tabel 1), dengan demikian senyawa **2** memiliki 6 derajat ketidakjenuhan. Spektrum inframerah (IR) senyawa **2** menunjukkan pita yang berasal dari gugus hidroksil (3401 cm⁻¹), olefenik (1625 cm⁻¹), dan eter (1023 cm⁻¹). Spektrum ¹³C-NMR dan DEPT-135 menyatakan 29 sinyal karbon yang terdiri dari enam karbon metil, sebelas karbon metilen, lima karbon metin, dua karbon kuartener, satu karbon metin teroksigenasi, tiga karbon *sp*² kuartener, satu karbon *sp*² metin, menunjukkan bahwa senyawa **2** merupakan struktur tetrasiklik berdasarkan derajat

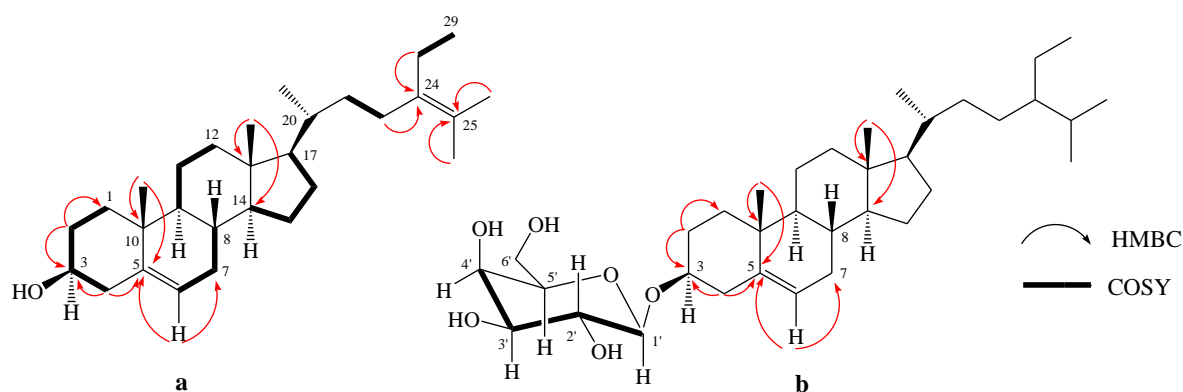
Tabel 1. Data NMR (500 MHz untuk ^1H dan 125 MHz untuk ^{13}C , dalam CDCl_3) untuk senyawa **1-3**.

Posisi	1		2		3	
	δ_{H} (mult., J Hz)	δ_{C} (mult.)	δ_{H} (mult., J Hz)	δ_{C} (mult.)	δ_{H} (mult., J Hz)	δ_{C} (mult.)
1	1,81 (2H, m)	37,2 (t)	1,85 (2H, m)	37,4 (t)	1,84 (2H, m)	37,3 (t)
2	1,51 (2H, t)	31,7 (t)	1,94 (2H, t)	31,8 (t)	1,92 (2H, t)	31,9 (t)
3	3,52 (1H, ddd, 6,7; 4,9; 4,6)	71,8 (d)	3,52 (1H, ddd, 6,7; 4,9; 4,6)	71,9 (d)	3,52 (1H, dd, 6,7; 4,6)	79,3 (d)
4	2,23 (2H, m)	42,3 (t)	2,33 (2H, m)	42,5 (d)	2,33; 2,20 (2H, m)	38,8 (d)
5	-	140,7 (s)	-	140,9 (s)	-	140,3 (s)
6	5,32 (1H, br s)	121,7 (d)	5,32 (1H, br s)	121,9 (d)	5,32 (1H, br s)	122,3 (s)
7	1,97 (2H, m)	31,9 (t)	1,80 (2H, m)	32,0 (t)	1,80 (2H, m)	29,7 (t)
8	1,48 (1H, m)	31,9 (d)	1,83 (1H, m)	32,0 (d)	1,83 (1H, m)	31,9 (d)
9	0,90 (1H, m)	50,1 (d)	0,86 (1H, m)	50,2 (d)	0,86 (1H, m)	50,2 (d)
10	-	36,5 (s)	-	36,6 (s)	-	36,7 (s)
11	1,48 (2H, m)	21,1 (t)	1,47 (2H, m)	21,2 (t)	1,47 (2H, m)	21,1 (t)
12	1,97 (2H, m)	39,7 (t)	1,1 (2H, m)	39,9 (t)	1,1 (2H, m)	39,8 (t)
13	-	42,2 (s)	-	42,4 (s)	-	42,4 (s)
14	1,05 (1H, m)	56,7 (d)	0,96 (1H, m)	56,9 (d)	0,96 (1H, m)	56,8 (d)
15	1,51 (2H, m)	24,3 (t)	1,52 (2H, m)	24,5 (t)	1,52 (2H, m)	24,3 (t)
16	1,23 (2H, m)	28,9 (t)	1,76 (2H, m)	28,4 (t)	1,76 (2H, m)	28,3 (t)
17	1,13 (1H, m)	56,0 (d)	1,04 (1H, m)	56,1 (d)	1,04 (1H, m)	56,1 (d)
18	0,66 (3H, s)	12,0 (q)	0,67 (3H, s)	12,0 (q)	0,63 (3H, s)	11,9 (q)
19	1,00 (3H, s)	19,4 (q)	1,01 (3H, s)	19,1 (q)	0,95 (3H, s)	19,8 (q)
20	1,97 (1H, m)	40,5 (d)	1,37 (1H, m)	36,3 (d)	1,37 (1H, m)	36,2 (d)
21	1,02 (3H, d, 6,1)	21,1 (q)	0,92 (3H, d, 6,1)	18,9 (q)	0,86 (3H, d, 6,1)	19,0 (q)
22	5,13 (1H, m)	138,3 (d)	1,01 (2H, m)	26,1 (t)	1,01 (2H, m)	33,9 (t)
23	5,12 (1H, m)	129,2 (d)	1,11 (2H, m)	34,3 (t)	1,11 (2H, m)	26,0 (t)
24	1,48 (1H, m)	51,2 (d)	-	138,5 (s)	0,88 (1H, m)	45,8 (t)
25	1,81 (1H, m)	31,9 (d)	-	129,4 (s)	1,60 (1H, m)	29,1 (t)
26	0,83 (3H, m)	19,0 (q)	0,84 (3H, s)	20,0 (q)	0,77 (3H, d, 4,9)	19,4 (q)
27	0,82 (3H, m)	21,2 (q)	0,79 (3H, s)	19,5 (q)	0,75 (3H, d, 4,9)	18,8 (q)
28	1,15 (2H, m)	25,4 (t)	1,22 (2H, m)	23,2 (t)	1,22 (2H, m)	23,1 (t)
29	0,79 (3H, t, 1,8)	12,3 (q)	0,79 (2H, t, 1,8)	12,2 (q)	0,79 (3H, t, 1,8)	12,0 (q)
1'					4,35 (1H, d, 7,3)	101,1 (d)
2'					3,19 (1H, dd, 7,3; 9,15)	73,5 (d)
3'					3,25 (1H, ddd, 1,85; 3,65; 9,15)	75,7 (d)
4'					3,40 (1H, d, 1,85; 3,05)	76,3 (d)
5'					3,39 (1H, d, 1,85; 3,05)	70,1 (d)
6'					3,70; 3,77 (2H, ddd, 3,1; 12,2; 4,9)	61,9 (d)

ketidakjenuhan dan gugus fungsi, dengan demikian senyawa **2** yang sesuai dengan kerangka dasar steroid stigmastan.¹⁴⁾ Adanya kerangka steroid stigmastan ini didukung pula oleh spektrum ¹H-NMR, dimana terdapat empat sinyal singlet dari metil tersier pada (δ_H 0,67; 0,79; 0,84; dan 1,01), satu sinyal doublet dari metil sekunder pada δ_H 0,92, satu sinyal triplet dari metil primer pada δ_H 0,82 ppm, dan satu sinyal proton olefinik pada δ_H 5,32 ppm.^{13,14)} Spektra ¹H dan ¹³C NMR senyawa **2** sangat mirip dengan senyawa **1**, kecuali tidak adanya olefinik proton pada δ_H 5,13 (1H, m) dan 5,12 (1H, m), dan munculnya metilen proton pada δ_H 1,01 (2H, m) dan 1,11 (2H, m), menunjukkan bahwa senyawa **2** merupakan turunan steroid stigmastan dengan posisi ikatan rangkap yang berbeda. Untuk menentukan posisi gugus fungsi dan ikatan rangkap terisolasi pada senyawa **2**, percobaan ¹H-¹H COSY dan HMBC dilakukan, dan hasilnya di tunjukkan pada Gambar 2a. Proton olefinik pada δ_H 5,32 berkorelasi dengan C-5 (δ_C 140,9) dan C-7 (δ_C 32,0), sedangkan proton pada δ_H 2,33 berkorelasi dengan C-5 (δ_C 140,9), diduga bahwa salah satu ikatan rangkap terisolasi terletak pada posisi C-5 dan C-6. Proton-proton metil pada δ_H 0,79 dan 0,84 berkorelasi dengan C-25 (δ_C 129,4) dan C-24 (δ_C 138,5), sedangkan proton-proton metilen pada δ_H 1,11 dan 1,22 berkorelasi pada C-24 (δ_C 138,5), diduga bahwa posisi ikatan rangkap terisolasi lainnya terletak pada posisi C-24 dan C-25. Proton teroksigenasi pada C-3 memiliki harga ³J 6,7 Hz menunjukkan posisi proton 2 dan 3 berposisi aksial-aksial, sedangkan gugus hidroksi pada C-3 berposisi ekuatorial (3 β -).¹⁴⁾ Berdasarkan data-data spektra yang diperoleh, dan data-data spektra dari penelitian sebelumnya,^{14,15)} maka senyawa **2** diidentifikasi sebagai stigmasta-5,24-dien-3 β -ol, dimana senyawa tersebut baru pertama kali dilaporkan pada *A. smithii*.

Senyawa **3** diperoleh berupa kristal jarum putih. Rumus formula senyawa **3** ditetapkan sebagai C₃₅H₆₀O₇ berdasarkan data NMR (Tabel 1), dengan demikian senyawa **3** memiliki 6 derajat ketidakjenuhan. Spektrum inframerah (IR) menunjukkan pita serapan yang berasal dari gugus hidroksil (3433 cm⁻¹), olefinik (1639 cm⁻¹), *gem*-dimetil (1461,9 dan 1380 cm⁻¹) dan eter (1053 cm⁻¹). Spektrum ¹³C-NMR dan DEPT-135 menyatakan 35 sinyal karbon yang terdiri dari enam karbon metil, sebelas karbon metilen, tujuh karbon metin, dua karbon kuartener, lima karbon metin teroksigenasi, satu karbon *sp*² kuartener, satu karbon *sp*² metin, satu karbon metin yang mengikat dua atom oksigen dan satu karbon metilen teroksigenasi, menunjukkan

bahwa senyawa **3** merupakan struktur tetrasiklik yang sesuai dengan kerangka dasar steroid stigmasteran yang mengikat satu gugus gula heksosa dalam bentuk cincin hemiasetal.¹⁴⁾ Adanya kerangka glikosida steroid ini didukung pula oleh spektrum ¹H-NMR, dimana terdapat dua sinyal singlet dari metil tersier (δ_H 0,63 dan 0,95), tiga sinyal doublet dari metil sekunder (δ_H 0,75; 0,77; dan 0,86) dan satu sinyal triplet dari metil primer dengan δ_H 0,79. Satu sinyal dari satu buah proton olefinik pada δ_H 5,31 ppm dan enam sinyal dengan pergeseran kimia δ_H antara 3,2-3,8 ppm dari proton teroksigenasi yang khas dari gugus gula.¹⁶⁾

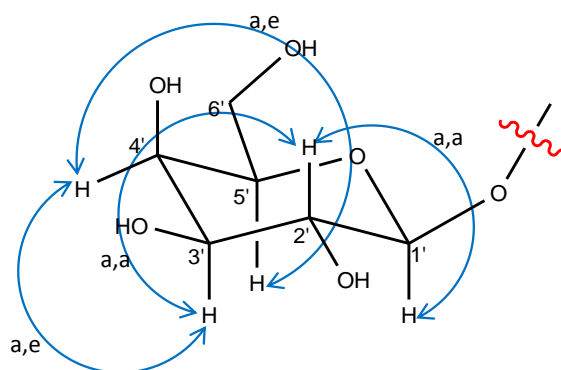


Gambar 2. Korelasi HMBC terpilih untuk senyawa **2** (a) dan **3** (b)

Spektra ¹H dan ¹³C NMR senyawa **3** sangat mirip dengan senyawa stigmasterol (**1**), kecuali tidak adanya sinyal olefinik proton pada [δ_H 5,13 (1H, m), 5,12 (1H, m) dan δ_C 129,2 dan 138,3], dan munculnya sinyal metilen proton pada δ_H 1,01 (2H, m) dan 1,11 (2H, m), serta sinyal proton teroksigenasi yang khas untuk gugus gula pada [δ_H 3,2-3,8 dan δ_C 61,9-101,1], diduga bahwa senyawa **3** merupakan turunan stigmasteran glikosida. Untuk menentukan posisi gugus gula dan ikatan rangkap terisolasi pada senyawa **3**, percobaan ¹H-¹H COSY dan HMBC dilakukan, dan hasilnya di tunjukkan pada Gambar 2b. Proton olefinik pada δ_H 5,32 berkorelasi dengan C-5 (δ_C 140,3) dan C-7 (δ_C 29,7), sedangkan metilen proton pada δ_H 2,33 dan 2,20 berkorelasi dengan C-5 (δ_C 140,9), diduga bahwa ikatan rangkap terisolasi terletak pada posisi C-5 dan C-6. Proton teroksigenasi pada δ_H 3,52 saling terjodoh dengan proton

metilen pada δ_{H} 2,20, 2,33 (H-4) dan 1,94 (H-2), dan berkorelasi dengan karbon anomerik pada δ_{C} 101,1, menunjukkan bahwa gugus gula terikat pada C-3.

Jenis gula yang terikat pada senyawa **3**, ditentukan berdasarkan tetapan penjodohan visinal tiga ikatan (3J). Proton pada posisi 1' dan 2' memiliki harga 3J 7,3 Hz, sehingga dapat dipastikan proton 1' dan 2' berposisi aksial-aksial. Proton 2' dan 3' dengan harga 3J 9,1 Hz berposisi aksial-aksial, proton 3' dan 4' dengan harga 3J 1,8 Hz berposisi aksial-ekuatorial, dan proton 5' dan 4' dengan harga 3J 1,8 Hz berposisi aksial-ekuatorial. Dengan demikian dapat diketahui jenis residu gula yang terdapat pada struktur senyawa **3** adalah D-galaktosa seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3. Untuk menentukan konfigurasi gugus gula pada C-3, digunakan nilai pergeseran kimia C-1'. Berdasarkan penelitian sebelumnya,¹⁴⁾ jika δ_{C} untuk C-1' pada gugus galaktosa sekitar 99 ppm maka berkonfigurasi 3 β -, sedangkan jika sekitar 94 ppm berkonfigurasi 3 α -. Harga pergeseran kimia δ_{C} untuk C-1' pada senyawa **3** adalah 101,1 ppm berkonfigurasi 3 α -. Harga pergeseran kimia δ_{C} untuk C-3 pada senyawa **3** adalah 101,1 maka konfigurasi C-3 pada senyawa **3** adalah 3 β -. Konfigurasi ini diperkuat dengan data proton pada C-3 memiliki harga 3J 6,7 Hz menunjukkan posisi proton 2 dan 3 berposisi aksial-aksial.¹⁶⁾ Berdasarkan data-data spektra yang telah dijelaskan dan perbandingan dengan data-data spektra yang diperoleh dari penelitian sebelumnya, maka senyawa **3** diidentifikasi sebagai 3 β -D-galaktosa sitosterol.



Gambar 3. Struktur konformasi gula pada senyawa **3**.

Senyawa **1-3** dievaluasi aktivitas toksiknya terhadap benur udang (*Artemia salina*). Diantara ketiga senyawa tersebut, 3 β -D-galaktosa sitosterol (**3**), yang memiliki gugus gula menunjukkan aktivitas yang kuat, sedangkan stigmasterol (**1**) stigmasterol (**2**),

yang tidak memiliki gugus gula aktivitas toksiknya menurun, dengan demikian adanya gugus gula pada senyawa sterol dapat meningkatkan aktivitas toksik.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada DP2M atas bantuan dana penelitian, Staf Herbarium Bogoriense, Bogor yang telah membantu dalam determinasi tumbuhan serta Sofa Fajriah dan Ahmad Darmawan, staf Pusat Penelitian Kimia, LIPI Serpong yang telah membantu dalam pengukuran spektra NMR dan LC-MS.

Daftar Pustaka

1. Mabberley, D.J., C.M. Pannell., and Sing, A.M., Meliceae *Flora Malesiana*. 1995, **12**: 1-407.
2. Xie, B. J., Yang, S.P, Chen,H. D., and Yue. J.M., Triterpenoids from *Aglaia duperreana.*, *J. Nat. Prod.*, 2007, **70**, 1532-1535.
3. Zhang, F., Wang, J. S., Gu, Y. C., and Kong, L. Y., Triterpenoids from *Aglaia abbreviata* and their cytotoxic activities., *J. Nat. Prod.*, 2010, **73**, 2042-2046.
4. Inada, A., H. Nishino, M. Kuchide, J. Takayasu, T. Mukainaka, Y. Nobukuni, M. Okudo, and Tokuda, H., Cancer Chemopreventive Activity of Odorine and Odorinol from *Aglaia odorata.*, *Biol. Pharm. Bull.*, 2001., **24**: 1282-1285.
5. Fuzzati, N., W. Dyatmiko., A. Rahman., F. Achmad., and Hostettmann, K.. Triterpenoid, lignans, and a benzofuran derivative from the bark of *Aglaia elaeagnoidea.*, *Phytochemistry*, 1996, **42(5)**:1395-1398.
6. Bacher, M.O. Hofer, G. Brader, S. Vajroday and Grager, H. Thapsakis: Possible Biogenetic Intermediates Towards Insecticidal Cyclopenta[b]benzofurans from *Aglaia eduls.* *Phytochemistry*, 1999., **52**: 253-263.
7. Brader, G., S. Vajrodaya., H. Greger., M. Bacher., H. Kalchhauser., and Hofer, O., Bisamides, lignans, triterpenes, and insecticidal cyclopenta [b] benzofurans from *Aglaia* species. *J. Nat. Prod.*, 1998, **61**: 1482-1490.
8. Christie, W. W. *Plant Sterols and Related Lipids: Structure, Occurrence, Biochemistry and Analysis*. 2007., Scotland: Scottish Crop Research Institute.
9. Pannell, C.M. *A Taxonomic Monograph of the genus Aglaia Lour. (Meliaceae)*. Kew Bulletin Additional Series XVI, 1992., Royal Botanic Gardens. London.

10. Heyne., *Tumbuhan Berguna Indonesia*. Jilid II. diterjemahkan oleh Badan Litbang Kehutanan Jakarta, Yayasan Sarana Warna Jaya, Jakarta., 1987., 1029-1031.
11. Meyer, B.N., Brine shrimp Agregat Convenient General Bioassay for Active Plant constituent. *Planta-Medica.*, 1982., **45**: 31-34.
12. Krishnaraju, A.V., T.V.N. Rao., D. Sundararaju., M. Vanisree., H.S. Tsay., and Subbaraju, G.V., Assessment of Bioactivity of Indian Medicinal Plants Using Brine Shrimp (*Artemia salina*) Lethality Assay. *International Journal of Applied Science and Engineering.*, 2005., **32**:125-134.
13. Saxena, V. K., and Sosanna A., β -Sitosterol-3-O- β -D-xylopyranoside from the flowers of *Tridax procumbens* Linn., *Journal of Chemistry Science.*, 2005., **117 (3)**: 263–266.
14. Goad, L. J. and Akihisa, T., *Analysis of Sterol*. London: 1997., Blackie Academic & Professional.
15. Qiu, S.X., Nguyen, H., Le, T.X., Jian, Q.G., Emil, L., Tran, C., Djaja, D., Jon, C., Pezzuto., Dong, Y., Mai, Y., Huong., and Harry, H., A Pregnane Steroid from *Aglaia lawii* and Structure Confirmation of Cabraledioliol monoacetat by X-ray Crystallography. *Phytochemistry*, 2000., **56**: 775-780.
16. Saxena, V. K., and Sosanna A., β -Sitosterol-3-O- β -D-xylopyranoside from the flowers of *Tridax procumbens* Linn., *Journal of Chemistry Science* , 2005, **117 (3)**: 263–266.