

VOLUME 9

ISSUE 1

JANUARY – JUNE 2021

Al-Kimia

Potensi Kayu Apu (*Pistia stratiotes*) di Perairan Danau Tempe Kabupaten Wajo, Sulawesi Selatan sebagai Agen Fitoremediasi terhadap Ion Logam Cu^{2+}

Muhammad Nasir, Dingse Pandiangan, Susan Marlein Mambu, Muhummad Nur, Siti Fauziah, Nur Insani Amir, Rizal Irfandi, Sahriah Rahim

Pembuatan Nano Partikel Kalsium (Ca) dari Limbah Tulang Ikan Patin (*Pangasius sp*) Menggunakan Metode Ultrasound- Assisted Solvent Extraction

Nuramaniyah Taufiq, Risky Nurul Fadlila RN

Uji Kualitas Tepung Jagung Alternatif dari Limbah Tongkol Jagung dengan menggunakan *Lactobacillus casei*

Mirnawati Mirnawati, Ida Ildaliah

Pemilihan Monomer Fungsional Terbaik Dalam Molecularly Imprinted Polymer (MIP) Monogliserida Lard Menggunakan Metode Komputasi

Adi Syahputra, Nurhadini Nurhadini, Fajar Indah Puspitasari

Pemanfaatan Berbagai Kulit Buah Sebagai Material Penyerap Ion Logam Zinc Pada Limbah Perairan

Andreas Difa, Desy Kurniawati, Budhi Oktavia, Rahardian Z

Steroid dari Kulit Batang *Aglaia grandis* (Meliaceae)

Siti Hani Pratiwi, Kindi Farabi, Nurlelasari, Rani Maharani, Agus Safari, Unang Supratman, Desi Harneti

Optimalisasi Penentuan Logam $Cu(II)$ dalam Sampel Air Menggunakan Metoda Voltammetri Stripping Adsorptif (VSA_d)

Hilfi Pardi, Nancy Willian

Kajian in Silico Aktivitas Antioksidan Senyawa Bioaktif dalam Minyak Serai (*Cymbopogon citratus*)

Dewi Ratih Tirto Sari, Yohanes Bare

Study in Silico Senyawa Asam Asiatik dan Turunannya Sebagai Anti Katarak

Firlia Nur Fadila, I Gusti Made Sanjaya

Sintesis Ferri Salen-Taeniolit Sebagai Katalisator Pada Reaksi Pembentukan Monomer Poli Karbonat

Alimuddin, Agusriyadin, Syahrir, Laode Abdul Kadir

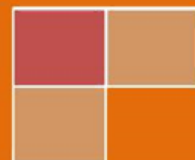
Artikel Review: Faktor yang Mempengaruhi Persen Biogasoline Minyak Nabati Menggunakan Katalis HZSM-5 dengan Metode Catalytic Cracking

Dewinta Intan Laily, Dina Kartika Maharani

Jurusan Kimia UIN Alauddin Makassar

p-ISSN: 2302-2736

e-ISSN: 2549-9335



Al-Kimia

EDITOR IN CHIEF

Sjamsiah

MANAGING EDITOR

Ummi Zahra

REVIEWER

Suminar Setiati
Irmanida Batubara
Sri Sugiarti
Muharram
Philiphi De Rosari
Ajuk Sapar
Masriany
Asri Saleh
Sitti Chadijah
Asriyani Ilyas
Aisyah

SECTION EDITOR

Rani Maharani
Iin Novianty
Firnelty
Chusnul Khatimah
Satriani

PUBLISHER

Departmen of Chemistry
Faculty of Science and Technology
Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar
Jl. H. M. Yasin Limpo No. 36 Gowa South Sulawesi Indonesia
E -mail: al-kimia@uin-alauddin.ac.id

Al-Kimia

TABLE OF CONTENT

Potensi Kayu Apu (<i>Pistia stratiotes</i>) di Perairan Danau Tempe Kabupaten Wajo, Sulawesi Selatan sebagai Agen Fitoremediasi terhadap Ion Logam Cu ²⁺ Muhammad Nasir, Dingse Pandiangan, Susan Marlein Mambu, Muhummad Nur, Siti Fauziah, Nur Insani Amir, Rizal Irfandi, Sahriah Rahim	1-8
Pembuatan Nano Partikel Kalsium (Ca) dari Limbah Tulang Ikan Patin (<i>Pangasius sp</i>) Menggunakan Metode Ultrasound- Assisted Solvent Extraction Nuramaniyah Taufiq, Risky Nurul Fadlila RN	9-15
Uji Kualitas Tepung Jagung Alternatif dari Limbah Tongkol Jagung menggunakan <i>Lactobacillus casei</i> Mirawati Mirawati, Ida Ildaliah	16-22
Pemilihan Monomer Fungsional Terbaik dalam Molecularly Imprinted Polymer (MIP) Monogliserida Lard Menggunakan Metode Komputasi Adi Syahputra, Nurhadini Nurhadini, Fajar Indah Puspitasari	23-33
Pemanfaatan Berbagai Kulit Buah Sebagai Material Penyerap Ion Logam Zinc Pada Limbah Perairan Andreas Difa, Desy Kurniawati, Budhi Oktavia, Rahardian Z	34-43
Steroid dari Kulit Batang <i>Aglaia grandis</i> (Meliaceae) Siti Hani Pratiwi, Kindi Farabi, Nurilelasari, Rani Maharani, Agus Safari, Unang Supratman, Desi Harneti	44-49
Optimalisasi Penentuan Logam Cu(II) dalam Sampel Air Menggunakan Metoda Voltametri Stripping Adsorptif (VSA _d) Hilfi Pardi, Nancy Willian	50-60
Kajian in Silico Aktivitas Antioksidan Senyawa Bioaktif dalam Minyak Serai (<i>Cymbopogon citratus</i>) Dewi Ratih Tirto Sari, Yohanes Bare	61-69
Study In Silico Senyawa Asam Asiatik dan Turunannya Sebagai Anti Katarak Firlia Nur Fadila, I Gusti Made Sanjaya	70-80
Sintesis Ferri Salen-Taeniolit Sebagai Katalisator Pada Reaksi Pembentukan Monomer Poli Karbonat Alimuddin, Agusriyadin, Syahrir, Laode Abdul Kadir	81-88
Artikel Review: Faktor yang Mempengaruhi Persen Biogasoline Minyak Nabati Menggunakan Katalis HZSM-5 dengan Metode Catalytic Cracking Dewinta Intan Laily, Dina Kartika Maharani	89-102

Steroid dari Kulit Batang *Aglaia grandis* (Meliaceae)

Siti Hani Pratiwi¹, Kindi Farabi¹, Nurlelasari¹, Rani Maharani^{1,2},
Agus Safari¹, Unang Supratman^{1,2}, Desi Harneti^{1*}

¹Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences,
Universitas Padjadjaran, Jatinangor 45363, Indonesia

²Central Laboratory of Universitas Padjadjaran, Jatinangor 45363, Indonesia.

*Corresponding Author: desi.harneti@unpad.ac.id

Received: December,18,2020 /Accepted: June,21,2021
doi: 10.24252/al-kimiav9i1.17936

Abstract: Steroids are a group of secondary metabolites which showed various biological activities. Meliaceae is a plant family used as a one of the sources of steroid compounds. *A. grandis* is a member of the Meliaceae family in genus *Aglaia* which rarely explored. Previous studies have shown that *A. grandis* leaves contain triterpenoids, steroids, bisamide, and sesquiterpenoids. This study aims to obtain steroids from the bark of *A. grandis*. The structure of the isolated compound was determined using the NMR 1D and 2D spectroscopic. Based on the extensive analysis, isolated compound identified as a stigmastane type steroid, stigmast-5-en-3 β -ol-7-one.

Key word: *A. grandis*; NMR spectroscopy; steroids, stigmastane

PENDAHULUAN

Steroid merupakan triterpenoid termodifikasi yang mengandung sistem cincin tertrasiklik, dengan pengurangan tiga gugus metil pada C-4 dan C-14 (Di Gioia & Petropoulos, 2019). Kerangkanya terdiri dari empat cincin, yaitu satu siklik anggota lima dan tiga siklik anggota enam (Jaeger & Aspers, 2012). Beberapa tahun terakhir telah banyak dilaporkan mengenai aktivitas biologis yang dimiliki oleh senyawa-senyawa golongan steroid. Adapun aktivitas biologisnya yaitu sebagai anti-inflammasi, antioksidan, inhibitor enzim yang terlibat dalam Alzheimer's Disease (AD), dan memiliki efek neuroprotektif (Kashyap et al., 2020; Yang et al., 2020).

Aglaia adalah salah satu genus dalam keluarga Meliaceae yang juga merupakan genus terbesar dalam keluarga ini, tersebar luas di hutan hujan tropis Asia Tenggara, termasuk Indonesia dan Malaysia (Priya et al., 2018). Tanaman *Aglaia* dikenal mengandung berbagai senyawa metabolit sekunder dengan aktivitas biologi yang menarik. Senyawa metabolit sekunder yang diisolasi dari genus ini dilaporkan memiliki bioaktivitas sebagai antikanker, anti-inflamasi, antioksidan, antimikroba, dan antidiabetes (Priya et al., 2018). Studi fitokimia pada genus *Aglaia* menunjukkan kandungan berbagai metabolit sekunder seperti rokaglamida, triterpenoid, diterpenoid, seskuiterpenoid, limonoid, steroid, lignan, dan alkaloid (Harneti & Supratman, 2021). Secara tradisional, tanaman ini telah digunakan dalam pengobatan berbagai penyakit seperti kanker, masalah jantung, demam, pembengkakan, dan batuk (Weber et al., 2000).

Walaupun kajian fitokimia pada *Aglaia* telah banyak dilaporkan, namun masih banyak spesies dari genus ini yang belum dieksplorasi. *Aglaia grandis* merupakan salah satu spesies dari *Aglaia* yang masih belum banyak dikaji kandungan metabolit sekundernya. Pada penelitian terdahulu, (Inada et al., 1997, 2000) berhasil mengisolasi empat kelompok senyawa metabolit sekunder dari daun *A. grandis* yaitu triterpenoid, steroid, bisamida, dan seskuiterpenoid. Hingga saat ini masih belum dilaporkan kandungan metabolit sekunder lainnya dari tanaman ini.

Penelitian yang berkelanjutan untuk mengeksplorasi kandungan kimia terutama steroid dari tanaman *A. grandis*, maka penelitian ini dimaksudkan untuk memperoleh senyawa steroid dari kulit batang *A. grandis*.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Sampel yang digunakan pada penelitian ini berupa kulit batang *A. grandis* yang diperoleh dari Kebun Raya Bogor, Jawa Barat, Indonesia. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya *n*-heksana, etil asetat, metanol, metil klorida, akuades, penanpak noda H₂SO₄ 10% dalam etanol, silika gel (230-400 mesh, Merck).

Alat yang digunakan dalam penelitian ini alat-alat gelas (*Pyrex*), *rotary evaporator* tipe R-144 (Buchi), pompa vakum V-700, penangas air B-491, sirkulator pendingin F-100, lampu detektor UV Vilber Lourmat (~230 V, 50 Hz) λ 254 nm dan 365 nm, spektrometer merk JEOL tipe ECA 500.

Prosedur

Ekstraksi Kulit Batang A. grandis

Sampel kulit batang *A. grandis* yang telah dikeringkan dan dihaluskan sebanyak 1,2 kg dimaserasi dengan metanol 5 x 24 jam. Kemudian ekstrak metanol dipekatkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 45°C sehingga diperoleh ekstrak metanol pekat sebanyak 52,14 gram. Ekstrak metanol pekat selanjutnya disuspensi dengan campuran metanol-air (1:9) lalu dipartisi dengan *n*-heksana dan etil asetat sehingga diperoleh ekstrak *n*-heksana dan etil asetat. Ekstrak yang didapat kemudian dipekatkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 40°C sampai dihasilkan ekstrak pekat *n*-heksana (9,30 g) dan etil asetat (18,96 g).

Pemisahan dan Pemurnian Senyawa dari Ekstrak n-heksana Kulit Batang A. grandis

Ekstrak *n*-heksana kulit batang *A. grandis* (9,30 g) difraksionasi menggunakan metode kromatografi vakum cair (KVC) dengan eluen *n*-heksana-etil asetat-metanol (gradien 10%, mulai dari 100% *n*-heksana sampai 100% metanol) sehingga diperoleh 12 fraksi gabungan (A-L). Fraksi D (1,94 g) dipisahkan dengan metode kromatografi kolom silika gel (230-400 mesh) menggunakan eluen *n*-heksana-metil klorida-etil asetat (gradien 5%, mulai dari 2:10:0 sampai 2:6:4) sehingga dihasilkan 10 fraksi gabungan (D1-D10). Subfraksi D6 (375 mg) dipisahkan kembali dengan kromatografi kolom silika gel (230-400 mesh) menggunakan eluen *n*-heksana-etil asetat (isokratik, 8,5 :1,5) sehingga didapatkan 10 fraksi gabungan (D6A-D6J). Subfraksi D6J (34,5 mg) dimurnikan dengan metode rekristalisasi sehingga diperoleh isolat murni (9 mg) berupa kristal berwarna putih.

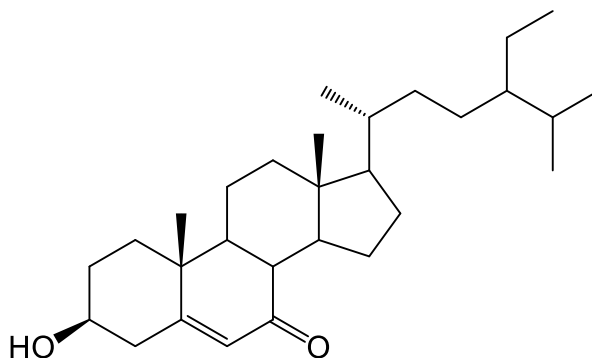
Karakterisasi dan Penentuan Struktur Senyawa Hasil Isolasi

Terhadap senyawa hasil isolasi dilakukan karakterisasi dan penentuan struktur dengan menggunakan metode Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti (NMR) 1D, yaitu ¹H NMR, ¹³C NMR, DEPT-135, serta spektroskopi NMR 2D, yaitu HMQC, HMBC, dan ¹H-¹H COSY.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan struktur senyawa hasil isolasi dilakukan dengan metode spektroskopi NMR 1D dan 2D. Spektroskopi NMR 1D yang digunakan meliputi ¹H, ¹³C, dan DEPT-135. Berdasarkan spektrum ¹H (500 Hz, CDCl₃, (CD₃)₂CO), senyawa hasil isolasi menunjukkan sinyal-sinyal yang khas untuk senyawa golongan steroid. Adanya penumpukkan sinyal di bawah δ_H 2 ppm merupakan ciri dari senyawa alifatik, termasuk

steroid. Selain itu, terdapat sinyal khas proton olifenik pada δ_H 5 ppm dan karbon teroksigenasi pada δ_H 3 ppm yang normal ditemukan dalam steroid (Darwati, 2019).

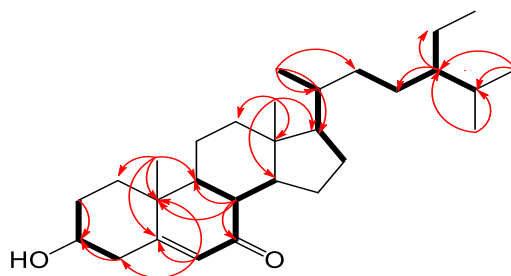


Gambar 1. Struktur senyawa hasil isolasi

Sinyal pada δ_H 5,55 (1H, d) merupakan sinyal untuk proton olifenik yang menandakan adanya satu buah metin sp^2 yang berikatan dengan karbon kuartener sp^2 . Sinyal pada δ_H 3,60 (1H, m) spesifik untuk proton pada metin yang mengikat gugus alkohol. Hasil analisis terperinci ^{13}C NMR menunjukkan beresonansinya 29 atom karbon. Sinyal karbonil ditunjukkan pada δ_C 200,6 yang spesifik untuk keton. Dua buah sinyal karbon sp^2 pada δ_C 165,6 dan 125,0 memperkuat hasil analisis 1H yang menunjukkan adanya satu pasang ikatan rangkap. Sinyal pada δ_C 69,9 merupakan ciri adanya metil teroksigenasi, lebih spesifik untuk metin yang berikatan dengan gugus hidroksi. Sinyal lain yang berada di bawah 60 ppm menunjukkan khas dari senyawa steroid, terdiri dari karbon-karbon sp^3 .

Jenis karbon pada struktur senyawa hasil isolasi dianalisis menggunakan DEPT-135. Berdasarkan hasil analisis, struktur senyawa hasil isolasi terdiri atas 6 metil, 10 metilen, 9 metin, dan 4 karbon kuartener. Berdasarkan hasil analisis ^{13}C NMR dan DEPT-135 merupakan senyawa golongan steroid tipe stigmastan. Data NMR senyawa ini ditunjukkan pada Tabel 1.

Analisis NMR 2D dilakukan untuk menentukan posisi gugus fungsi pada senyawa ini. Metode analisis yang digunakan adalah HSQC, HMBC, dan 1H - 1H COSY. Korelasi HSQC menunjukkan kepemilikan proton-karbon. Dari spektrum yang diperoleh, total terdapat 29 korelasi terpilih antara proton dengan karbon. Hasil analisis memperkuat dugaan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa steroid tipe stigmastan.



Gambar 2. Korelasi HMBC dan 1H - 1H COSY senyawa hasil isolasi

Tabel 1. Data spektrum NMR ^1H (500 Hz, CDCl_3 , $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$), ^{13}C (125 Hz, CDCl_3 , $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$), dan DEPT 135

Posisi C	^{13}C (δ , ppm)	^{13}C (δ , ppm)*	DEPT-135	^1H (δ , ppm; m)	^1H (δ , ppm; m)*
1	36,2	36,3	CH ₂	1,13 m; 1,95 m	
2	30,9	31,2	CH ₂	1,55 m; 1,84 m	
3	69,6	70,5	CH	3,60 m	3,68 m
4	41,7	41,8	CH ₂	2,31 m; 2,41 m	
5	165,6	165,2	C		
6	125,0	126,1	CH	5,55 d (1,5)	5,70 d (0,8)
7	200,6	202,4	C		
8	44,9	45,4	CH	2,21 m	
9	49,9	49,9	CH	1,45 m	
10	38,0	38,2	C		
11	20,8	21,2	CH ₂	1,03 m; 1,56 m	
12	38,4	38,6	CH ₂	1,12 m; 2,01 m	
13	42,6	41,8	C		
14	51,0	49,9	CH	1,25 m	
15	25,6	26,3	CH ₂	1,20 m	
16	26,0	28,6	CH ₂	1,21 m; 2,40 m	
17	54,4	54,7	CH	1,11 m	
18	11,3	12,0	CH ₃	0,69 s	0,70 s
19	16,6	17,3	CH ₃	1,20 s	1,22 s
20	35,8	36,1	CH	1,35 m	
21	18,4	18,9	CH ₃	0,94 d (5,0)	0,94 d (6,8)
22	33,6	33,9	CH ₂	1,34 m	
23	25,0	26,1	CH ₂	1,20 m	
24	45,5	45,8	CH	0,91 m	
25	31,6	29,1	CH	1,53 m	
26	20,4	19,8	CH ₃	0,80 d (5,5)	0,84 d (7,2)
27	19,1	19,0	CH ₃	0,79 d (2,5)	0,82 d (7,2)
28	22,6	23,0	CH ₂	1,19 m; 1,28 m	
29	11,6	12,0	CH ₃	0,84 d (5,5)	0,86 t (7,2)

Keterangan : * (Pembanding (Ii, n.d.))

Spektrum HMBC menunjukkan adanya korelasi antara proton dengan karbon tetangga (2-3 ikatan) sehingga dapat digunakan untuk menentukan posisi gugus fungsi. Berdasarkan hasil analisis, korelasi pada HMBC merujuk adanya kerangka steroid tipe stigmastan. Korelasi antara proton olifenik pada δ_{H} 5,55 (d; 1,5) terhadap karbon pada δ_{C} 41,7 (C-4), 165,6 (C-5), dan 38,0 (C-10) menunjukkan bahwa satu ikatan rangkap berada pada posisi C-5 dan C-6. Korelasi yang terjadi antara H-2 dan H-4 dengan karbon pada δ_{C} 69,6 (C-3), menunjukkan bahwa gugus hidroksi berada pada posisi C-3. Posisi gugus keton ditetapkan berada pada posisi C-7 dengan adanya korelasi antara H-8 dengan karbon pada δ_{C} 200,6 (C-7). Analisis HMBC diperkuat dengan data ^1H - ^1H COSY yang menunjukkan korelasi antara proton dan proton tetangga. Korelasi-korelasi yang diperlihatkan pada spektrum ^1H - ^1H COSY merupakan ciri dari kerangka steroid tetrasiklik tipe stigmastan. perbandingan data NMR dengan steroid tipe stigmastan yang diisolasi dari *Euphorbia lagascae* (Ii, n.d.) menunjukkan kemiripan yang tinggi. Dengan demikian, maka senyawa hasil isolasi diidentifikasi sebagai stigmast-5-en-3 β -7-on (Gambar 1).

SIMPULAN

Satu senyawa metabolit sekunder golongan steroid tipe stigmastan (9 mg) telah berhasil diisolasi dari ekstrak *n*-heksana kulit batang *A. grandis*. Struktur senyawa tersebut ditentukan dengan menggunakan metode spektroskopi NMR 1D dan 2D. Senyawa yang

berhasil diisolasi diidentifikasi sebagai stigmast-5-en-3 β -7-on. Senyawa ini untuk pertama kalinya dilaporkan dalam spesies *A. grandis*.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini secara finansial didukung oleh dana program hibah DIKTI Penelitian Tesis Magister Tahun 2020 a.n. Desi Harneti No. 1827/UN6.3.1/LT/2020. Terimakasih kepada Bapak Ahmad Darmawan dan Sofa Fajriah staf LIPI Serpong yang telah membantu dalam pengukuran spektrum NMR, dan staf Herbarium Bogoriense Bogor, Jawa Barat yang telah mengidentifikasi sampel.

DAFTAR PUSTAKA

- Di Gioia, F., & Petropoulos, S. A. (2019). Phytoestrogens, phytosteroids and saponins in vegetables: Biosynthesis, functions, health effects and practical applications. In *Advances in Food and Nutrition Research*. 90 (1). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/bs.afnr.2019.02.004>
- Harneti, D., & Supratman, U. (2021). Phytochemistry and biological activities of *Aglaia* species. *Phytochemistry*, 181(October 2020), 112540. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2020.112540>
- Ii, C. (n.d.). *Phytochemical Study of Euphorbia lagascae Results and Discussion*.
- Inada, A., Murata, H., Inatomi, Y., Nakanishi, T., & Darnaedi, D. (1997). Pregnanes and triterpenoid hydroperoxides from the leaves of *Aglaia grandis*. *Phytochemistry*, 45(6), 1225–1228. [https://doi.org/10.1016/S0031-9422\(97\)00145-3](https://doi.org/10.1016/S0031-9422(97)00145-3)
- Inada, A., Shono, K., Murata, H., Inatomi, Y., & Darnaedi, D. (2000). 2000-1091 *Aglaia grandis.pdf*. 53, 1091–1095.
- Jaeger, M., & Aspers, R. L. E. G. (2012). Steroids and NMR. In *Annual Reports on NMR Spectroscopy* (Vol. 77). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-397020-6.00003-9>
- Kashyap, P., Muthusamy, K., Niranjana, M., Trikha, S., & Kumar, S. (2020). Sarsasapogenin: A steroidal saponin from *Asparagus racemosus* as multi target directed ligand in Alzheimer's disease. *Steroids*, 153, 108529. <https://doi.org/10.1016/j.steroids.2019.108529>
- Darwati. (2019). Isolasi Senyawa steroid dari akar tumbuhan asam kandis (*Garcinia cowa Roxb. ex DC*) sebagai obat penurun panas (*Steroid Compounds from Root Plant of Acid (Garcinia cowa Roxb. ex DC) for Fever Relief*). *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*. 37(1), 51–57.
- Priya, R., Sowmiya, P., & Muthuraman, M. S. (2018). An overview on the biological perspectives of *aglaia* species. *Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, 11(9), 9–12. <https://doi.org/10.22159/ajpcr.2018.v11i9.26436>
- Weber, S., Puripattanavong, J., Brecht, V., & Frahm, A. W. (2000). Phytochemical investigation of *Aglaia rubiginosa*. *Journal of Natural Products*, 63(5), 636–642. <https://doi.org/10.1021/np9905923>

Yang, M., Cui, W. X., Li, H., Li, S. W., Yao, L. G., Tang, W., Mudianta, I. W., & Guo, Y. W. (2020). Sinulasterols A–C, three new bioactive oxygenated steroids from the South China Sea soft coral *Sinularia depressa*. *Steroids*, *157*, 108598. <https://doi.org/10.1016/j.steroids.2020.108598>