

ANALISIS MINYAK NILAM SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS

HERNANI

Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat

RINGKASAN

Minyak nilam terdiri dari berbagai macam komponen, diantaranya benzaldehid, eugenol, sinamaldehyd, azulen dan golongan seskuiterpen, antara lain: β patchoulen, α gauinen, α bulnesen dan patchouli alkohol. Dalam analisis secara kromatografi lapis tipis (KLT), pemilihan larutan pengembang, adsorban (fasa diam) serta larutan pendeteksi merupakan hal penting, karena akan mempengaruhi migrasi dari komponen-komponen yang akan dianalisis. Dengan tujuan untuk mengetahui komponen penyusun minyak nilam, telah dilakukan percobaan dengan KLT, menggunakan dua macam sistem pelarut dengan polaritas yang berbeda. Adapun sistem pelarut tersebut adalah etil asetat + heksan = 1 + 9 dan campuran larutan (5%) etil asetat + khloroform dalam heksan. Sebagai larutan pendeteksi asam sulfat 50%. Hasil analisis dengan dua macam sistem pelarut masing-masing telah dapat diisahkan enam macam golongan seskuiterpen. Untuk mendapatkan pemisahan yang lebih baik perlu dikembangkan teknik dua dimensi.

ABSTRACT

The thin-layer chromatography analysis of patchouly oil

Patchouly oil consists of various components, such as benzaldehyde, eugenol, cinamaldehyde, azulene and sesquiterpene groups i.e: β patchoullene, α gauinenene, α bulnesene and patchouly alcohol. In thin-layer chromatography analysis, its important to select the proper eluent, absorbant and detection solution, because they will affect the migration of components being analysed. To determine the component of patchouly oil by thin-layer chromatography, two kind of eluents with different polarities were tested. The system of solvent are ethyl acetate + hexane = 1 + 9 and the mixture of 5% ethyl acetate + chloroform in hexane. Sulfuric acid 50% was used as a detection solution. From the analysis using two solvent systems, six group of sesquiterpene can be identified from each solvent. To produce better separation of components, two dimensional technique should be developed.

PENDAHULUAN

Minyak nilam adalah minyak yang dihasilkan dari penyulingan daun tanaman nilam (*Pogostemon cablin* Benth) (GUENTHER, 1950). Jenis ini banyak di usahakan di Malaysia dan Indonesia (WALKER, 1968), terutama di daerah Sumatera Utara.

Senyawa-senyawa yang telah dapat diidentifikasi dari minyak nilam adalah benzaldehid, eugenol, sinamaldehyd, azulen dan beberapa macam seskuiterpen (WALKER, 1968). Dilaporkan bahwa seskuiterpen-seskuiterpen yang terdapat dalam minyak nilam lebih dari sepuluh macam, tetapi yang dapat diidentifikasi antara lain adalah β patchoulen, α gauinen, α bulnesen dan patchouli alkohol (TSUBAKI *et al.*, 1967). Patchouli alkohol merupakan komponen utama (40%) penyusun minyak nilam (LEUNG, 1980).

Kromatografi lapis tipis merupakan jenis kromatografi yang masih populer saat ini, karena dapat menganalisis berbagai campuran komponen secara serentak, tanpa memerlukan persyaratan bahwa campuran komponen yang akan dipisahkan harus berupa uap atau dapat diuapkan pada temperatur operasi seperti dalam kromatografi gas. Dalam kromatografi lapis tipis, pelarut atau sistem pelarut merupakan pembawa untuk proses pengembangan. Karakteristik dari pelarut-pelarut atau campuran dari pelarut yang digunakan untuk fasa gerak tergantung pada selektivitas atau polaritas senyawa yang akan dipisahkan (MIKES, 1979).

Pada pemisahan komponen secara kromatografi lapis tipis perlu diperhatikan dalam pemilihan pelarut, adsorben serta larutan pendeteksi, karena akan mempengaruhi migrasi dari komponen-komponen yang akan dianalisis.

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui komponen penyusun minyak nilam, dengan menggunakan dua sistem pelarut dengan polaritas yang berbeda.

BAHAN DAN METODE

Dalam penelitian ini, digunakan minyak hasil penyulingan daun nilam Aceh. Metode penyulingan adalah dengan penyulingan uap secara dikukus (Water and Steam Distillation).

Analisis kromatografi lapis tipis menggunakan adsorben Silika gel G dengan ketebalan 300 μm . Penyediaan larutan pengembang dibuat berdasarkan ketentuan DUMMOND (1960). Dalam percobaan ini digunakan dua macam sistem pelarut dengan polaritas yang berbeda, yaitu sistem I etil asetat + heksan = 1 + 9 dan sistem II campuran larutan 5% antara etil asetat + khloroform dalam heksan. Masing-masing campuran dimasukkan ke dalam bejana pengembang dan ditutup rapat. Bila bejana pengembang telah jenuh, maka siap digunakan untuk mengelusi.

Penotolan minyak pada lapisan tipis, yang dilakukan dengan menggunakan "Syringe" masing-masing dua μl . Setelah noda kering, lempeng kaca dimasukkan ke dalam bejana pengembangan. Kemudian bejana ditutup rapat, dengan mengoleskan vaselin diantara tutup dan mulut bejana. Setelah merambat 15 cm diatas titik penotolan, lempeng dikeluarkan dan dikeringkan di udara terbuka. Kemudian disemprot dengan pereaksi asam sulfat 50%, dan dipanaskan pada suhu 100°C selama 15 menit. Warna yang tampak diamati dan ditentukan jarak nodanya.

Untuk teknik pengembangan dua dimensi, pertama digunakan sistem larutan I, kemudian lempeng diangkat dan dikeringkan dalam udara terbuka. Setelah kering lempeng dimasukkan dalam sistem larutan II setelah terlebih dahulu diputar 90 derajat. Setelah sampai pada batas pengembangan, lempeng dikeluarkan dan dikeringkan di udara, baru disemprot dengan asam sulfat 50%. Dikeringkan pada suhu 100°C selama 10 menit dan warna-warna yang tampak diamati (STHAL, 1969).

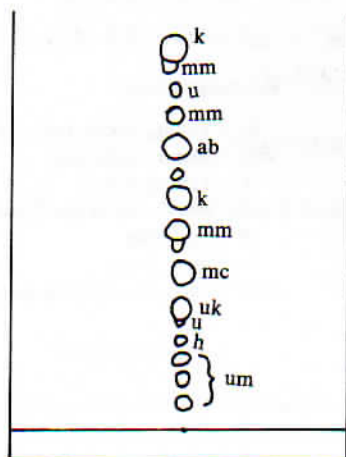
HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis minyak nilam dengan kromatografi lapis tipis menghasilkan pemisahan komponen-komponen dengan noda-noda yang berwarna spesifik. Pemisahan yang terjadi dari komponen-komponen tersebut sangat erat kaitannya dengan sistem pelarut yang digunakan. Dengan sistem pelarut I, yaitu etil asetat + heksan = 1 + 9, hasil pemisahan komponennya cukup baik bila dibandingkan dengan sistem pelarut II etil asetat + khloroform 5% dalam heksan (Gambar 1 dan Gambar 2). Hal ini karena polaritas pelarut yang digunakan pada sistem I lebih tinggi dibandingkan dengan polaritas pelarut sistem II.

Menurut TAHID (1987), apabila suatu fasa gerak yang dipilih mempunyai polaritas yang jauh berbeda terhadap zat yang akan dipisahkan, maka tidak akan terjadi pemisahan yang baik. Mungkin zat tersebut masih tetap tinggal pada awal penotolan atau ikut sampai pada batas pengembangan. Jadi keberhasilan suatu proses pemisahan dalam kromatografi lapis tipis sangat ditentukan oleh keharmonisan antara fasa diam dan fasa gerak yang digunakan.

Dari sistem pelarut I dapat dipisahkan empat belas komponen, sedangkan dengan sistem pelarut II hanya delapan komponen. Dengan menggunakan pereaksi asam sulfat, noda-noda memberikan warna-warna yang spesifik. Menurut GOGROF dalam DUMMOND (1960), dengan pereaksi asam sulfat golongan seskuiterpen akan memberikan warna ungu sampai merah ungu, eugenol akan memberikan warna merah darah. Sedangkan patchoulol tidak tampak karena terlarut dalam heksan. Demikian juga dengan benzaldehid dan sinamaldehid, karena terdapat dalam jumlah yang sangat sedikit (trace) tidak akan terlihat.

Dari Gambar 1 ada enam noda yang memberikan kriteria warna ungu, yaitu pada R_f : 0,02; 0,04; 0,08; 0,17; 0,24 dan 0,81. Demikian juga dengan Gambar 2 ada enam noda yang berwarna ungu pada R_f : 0,1; 0,36; 0,42; 0,47; 0,52 dan 0,58. Berarti dari sistem pelarut I dan sistem pelarut II golongan seskuiterpen dapat dipisahkan sebanyak enam macam komponen. Diantara enam macam seskuiterpen tersebut, patchoulol

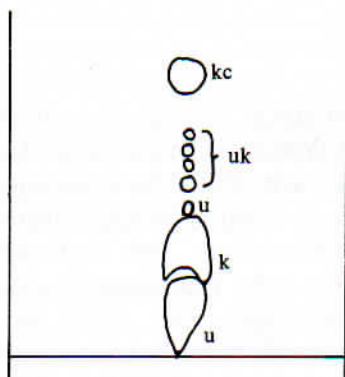


Keterangan Note:

- k : kuning yellow
- mm : merah muda pink
- u : ungu purple
- ab : abu-abu grey
- mc : merah coklat brown red
- uk : ungu kecoklatan greyish purple
- h : hijau green
- um : ungu muda light purple

Titik awal penotolan

Gambar 1. Pemisahan minyak nilam dengan pelarut etil asetat + heksan = 1 + 9.
Figure 1. Separation of patchouly oil by using ethyl acetate + hexane solvents (1 + 9).



Keterangan Note:

- uk : ungu kecoklatan brownish purple
- kc : kuning coklat yellow brown
- u : ungu purple
- k : kuning yellow

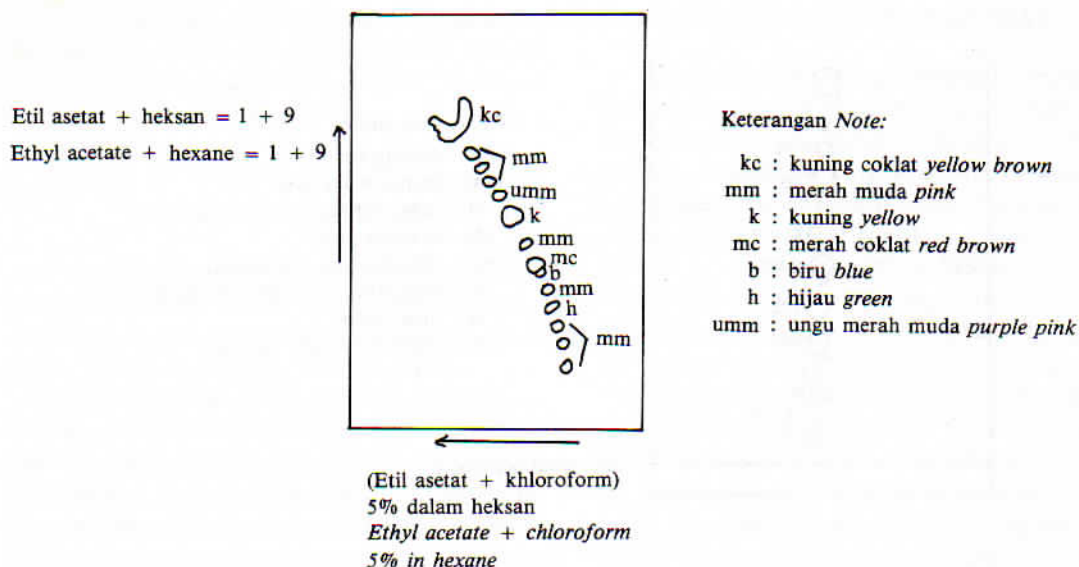
Titik awal penotolan

Gambar 2. Pemisahan minyak nilam dengan pelarut (etil asetat + kloroform) 5% dalam heksan.
Figure 2. Separation of patchouly oil by using (ethyl acetate + chloroform) 5% in hexane.

alkohol akan memberikan nilai R_f 0,35 bila menggunakan sistem pelarut II (DUMMOND, 1960).

Noda-noda yang memanjang pada Gambar 2 menunjukkan bahwa noda tersebut terdiri dari beberapa macam komponen yang tidak dapat dipisahkan oleh sistem pelarut yang digunakan.

Untuk memperlebar jarak noda yang berdekatan dicoba teknik pengembangan dua dimensi. Pelarut yang digunakan untuk pengembangan pertama adalah sistem pelarut I dan pengembangan kedua sistem pelarut II. Ternyata dengan teknik dua dimensi pemisahan komponen menjadi lebih baik (Gambar 3).



Gambar 3. Teknik pemisahan secara dua dimensi dari minyak nilam.
Figure 3. Two dimension separation techniques of patchouly oil.

KESIMPULAN

Analisis komponen-komponen dari minyak nilam secara Kromatografi Lapis Tipis dengan menggunakan sistem pelarut etil asetat + heksan = 1 + 9 dan campuran (etil asetat + khloroform) 5% dalam heksan serta pereaksi asam sulfat 50% telah dapat memisahkan enam macam komponen seskuiterpen. Sedangkan hasil pemisahan komponen yang terbaik diberikan oleh sistem pelarut etil asetat + heksan = 1 + 9. Untuk mengetahui komponen tersebut perlu dilakukan analisis lebih lanjut dengan metode Kromatografi Lapis Tipis Preparatif dan Spektroskopi.

DAFTAR PUSTAKA

- DUMMOND, H.M. 1960. Patchouly Oil. J. Perfumery & Essential Oil Record. 51(9): 485 – 492.
- GUENTHER, E. 1950. The Essential Oils. Vol III. D. Van Nostrand, New York. 777p.
- LEUNG, A.Y. 1980. The Encyclopedia of common Natural Product Ingredients. John Wiley & Sons, New York. 409p.
- MIKES, O. 1979. Laboratory Handbook of Chromatographic and Allied Methods. John Wiley & Sons, New York. 764p.
- STHAL, E. 1969. Thin-Layer Chromatography. 2nd edition. Springer-Verlag, New York. 493p.
- TAHID. 1987. Eluen dan teknik elusi. Bahan kuliah kursus metode analisa instrumental, Puslitbang Kimia Terapan LIPI, Bandung.
- TSUBAKI, N., KIICHI NISHIMURA and YOSHIO HIROSE. 1967. Bull. Chem.Soc.Jap. 40 (597): 74 – 75.
- WALKER, G.T. 1968. The structure and synthesis of patchouly alcohol. Manufacturing Chemist and Aerosol News. 27 – 28.