

Pengaruh Prosentase Solvent Non Polar dalam Campuran Pelarut terhadap Pemisahan Senyawa Non Polar dari Minyak Nyamplung (*Calophyllum Inophyllum*)

Desy Anggraini, Della Istianingsih, Setiyo Gunawan
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia
e-mail: gunawan@chem-eng.its.ac.id

Abstrak—Minyak nyamplung (*Calophyllum inophyllum* oil) dikenal sebagai minyak yang tidak dapat dikonsumsi. Oleh sebab itu, penelitian tentang minyak ini kebanyakan hanya terfokus pada konversi minyak menjadi biodiesel. Pada penelitian ini, diharapkan agar trigliserida (senyawa non polar) terpisah dengan resin beracun yang ada di dalam minyak nyamplung itu sendiri, dengan tujuan agar minyak nyamplung bisa dikonsumsi oleh manusia. Minyak nyamplung sendiri disinyalir mengandung senyawa anti HIV dan anti tumor yang sangat berfungsi bagi manusia. Resin beracun yang terdapat dalam minyak ini diidentifikasi sebagai phthalic acid ester (PAE). Trigliserida dalam minyak nyamplung sendiri berkisar antara 70-80%, sehingga jika trigliserida ini dapat terpisah dengan baik dari PAE atau komponen lain yang berbahaya dalam minyak nyamplung, bukan tidak mungkin minyak nyamplung nantinya akan dapat dikonsumsi oleh manusia. Proses isolasi trigliserida dimulai dengan memisahkan senyawa yang diinginkan dari lipid menggunakan ekstraksi pelarut-pelarut dengan dua macam variable solvent yaitu : n-hexane-methanol serta petroleum eter-methanol. Pemilihan pelarut berdasarkan atas nilai kepolaran yang dimilikinya karena solvent yang saling larut tidak dapat digunakan dalam ekstraksi ini. Rasio jumlah solvent non polar dan polar ini juga divariasikan, yaitu : 100:0, 75:25, 50:50 dan 0:100.

Kata kunci—Nyamplung, trigliserida, TLC, GC, petroleum eter, hexane

PENDAHULUAN

Nyamplung tersebar hampir di seluruh dunia seperti Asia Tenggara, Afrika, India, Australia Utara, Queensland Utara, dan lain-lain. Penyebaran nyamplung di Indonesia terutama pada daerah-daerah pesisir pantai antara lain Taman Nasional(TN) Alas Purwo, TN Kepulauan Seribu, TN Baluran, TN Ujung Kulon, Cagar Alam(CA) Pananjung Pangandaran, Kawasan Wisata Batu Karas, Pantai Carita Banten, P. Yapen, Jayapura, Biak, Nabire, Manokwari, Sorong, Fakfak(wilayah Papua), Halmahera dan Ternate(Maluku Utara), TN Berbak(Pantai Barat Sumatera). Tanaman nyamplung tumbuh pada wilayah pantai berpasir yang marginal dan toleran terhadap kadar garam serta pada tanah yang mengandung liat berdrainase baik, pH 4 sampai dengan 7,4[3].

Bagian-bagian dari tanaman nyamplung ternyata memiliki khasiat terhadap kesehatan antara lain getah yang diekstrak dari tanaman nyamplung berfungsi untuk

mengobati luka, kulit kayu berfungsi sebagai antiseptic dan disinfektan, akar berfungsi untuk mengobati luka dan aplikasi untuk penyakit serangan jantung, daun yang direndam di air dan menghasilkan warna kebitu-biruan dan bau alami dapat mengobati penyakit radang mata, minyak dari biji nyamplung dapat digunakan sebagai antirematik, pembuatan sabun, mengobati luka bakar pada kulit[1].

Tidak seperti kebanyakan minyak nabati, minyak nyamplung tidak terkandung dalam buah nyamplung . Proses produksi minyak didapat melalui proses penghancuran biji nyamplung dan menghasilkan minyak berwarna kehijauan dengan bau aromatic dan berasa hambar[1].Minyak nyamplung ini akan berubah warna menjadi kuning jika mengalami saponifikasi[5].

Minyak nyamplung yang diekstrak dari biji mengandung resin beracun. Oleh sebab itu, minyak ini tidak dapat dikonsumsi manusia. Resin beracun tersebut adalah phthalic acid ester. Phthalic acid ester merupakan kontaminan utama pada lingkungan dan rantai makanan di negara-negara industri maju. Phthalic acid ester juga memiliki efek merugikan pada tubuh manusia seperti *embryotoxicity*, *spermatotoxicity*, *carcinogenicity*. Akan tetapi, hampir semua phthalate memiliki sifat *plastification* dan *adhesion* yang baik sehingga digunakan dalam produksi kabel listrik, film, lem, cat, tinta, kosmetik, dan pestisida[2].

Tujuan penelitian ini adalah mengisolasi trigliserida dari minyak nyamplung menggunakan metode ekstraksi pelarut, dan memilih solvent yang terbaik untuk mengisolasi senyawa tersebut. Selain itu, mengetahui kandungan trigliserida dalam minyak dan mengetahui perbandingan pelarut yang paling optimum. Kandungan dari minyak ditentukan dengan analisa TLC dan GC.

URAIAN PENELITIAN

II.1 Bahan yang digunakan

Minyak nyamplung diperoleh dari Koperasi Tani Jarak Lestari, yang berada di Jawa Tengah. Bahan-bahan kimia seperti hexane, methanol dibeli dari PT. Bratachem; soda api, ethanol 98% PA, akuades, dan iodine diperoleh dari laboratorium Teknologi Biokimia ITS; silica gel dibeli dari Merck.

II.2 Analisa Komposisi Minyak Nyamplung

II.2.1 Analisa TG, MG, DG, dan FFA menggunakan TLC

Untuk mengetahui secara kuantitatif kandungan TG dalam minyak nyamplung digunakan TLC plate. Sebelum uji TLC mula-mula kertas TLC yang telah ditetesi oleh sampel direndam dalam mobile phase dengan kadar hexane:etil asetat:asam asetat sebesar 90:10:1. Pada saat perendaman tidak diperkenankan tinggi mobile phase melebihi area yang telah ditentukan pada kertas TLC. Setelah perendaman dengan mobile phase dalam botol tertutup rapat, kertas TLC dikeringkan pada suhu ruang kemudian dilakukan pewarnaan menggunakan iodin dengan takaran campuran iodin dan silica gel sebanyak 1/4 sendok teh iodin dicampur dengan 2 sendok makan silica gel kemudian dicampur dalam botol yang tertutup rapat, Kertas TLC yang telah direndam mobile phase tersebut dimasukkan dalam botol yang berisi iodin kemudian campur kertas TLC tersebut dengan iodin hingga terbentuk spot-spot pada kertas TLC. Fungsi dari iodin dan silica gel tersebut adalah untuk memberi warna pada sampel yang telah ditetaskan pada kertas TLC tersebut.

Pada pembacaan di kertas TLC selain menggunakan iodin dapat juga menggunakan lampu UV, yaitu dengan cara setelah kertas TLC direndam dalam mobile phase, kertas TLC disinari dengan menggunakan lampu UV gelombang 366 nm.

II.2.2 Analisa TG, MG, DG, dan FFA menggunakan GC

Kandungan TG, MG, DG, dan FFA ditentukan menggunakan HT-GC. Analisa kromatografi menggunakan Shimadzu GC-2010 dengan menggunakan silica column ZB-5HT, 15 m x 0,32 mm i.d., dengan ketebalan film 0,1 µm (Phenomenex USA) yang dilengkapi dengan flame ionization detector. Suhu injector dan detector diatur pada suhu 370oC. Suhu kolom dimulai pada suhu 80oC dan meningkat hingga 365oC pada laju 15oC/ menit dan dijaga pada suhu 365oC selama 8 menit. Nitrogen digunakan sebagai carrier gas pada kecepatan linear 30 cm/s pada suhu 80oC. 20 mg sample dilarutkan pada 1 mL ethyl acetate dan 1µL sample diambil dan diinjeksikan pada GC.

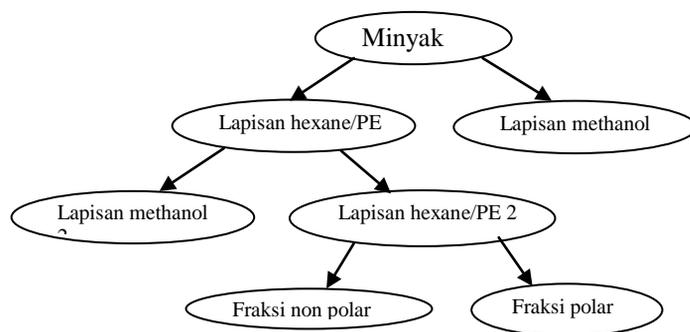
II.3 Langkah Isolasi Trigliserida dari Minyak Nyamplung

II.3.1 Pemisahan dengan ekstraksi pelarut

Metode ini dilakukan sebagai alternatif metode saponifikasi. Sebanyak 100 gram minyak nyamplung dicampur dengan 100 gram hexane/PE-methanol 98% 100:0, 75:25, 50:50. Kedua lapisan yang terbentuk kemudian dipisahkan. Semua senyawa non polar akan terlarut dalam fase hexane/PE, sedangkan sisanya akan terekstrak dalam fase methanol. Fase methanol kemudian dikeringkan, lalu diekstrak ulang dengan hexane-methanol 80% 100:0, 75:25, 50:50 dengan perbandingan terhadap feed sama dengan sebelumnya seperti pada gambar 1 Semua fraksi akhir yang didapat kemudian dianalisa dengan TLC.

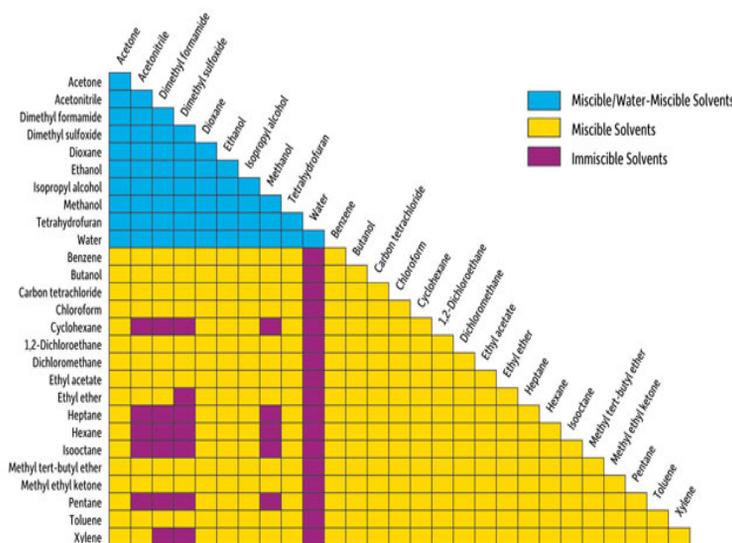
II.3.2 Identifikasi produk

Fraksi yang mengandung Trigliserida hasil pemisahan dengan kolom kromatografi akan diuji kandungannya dengan GC-MS, untuk dicari kandungan dan jenis senyawa dalam fraksi tersebut.



Gambar 1 Skema proses ekstraksi pelarut

URAIAN PENELITIAN



Gambar 2 solvent miscibility table

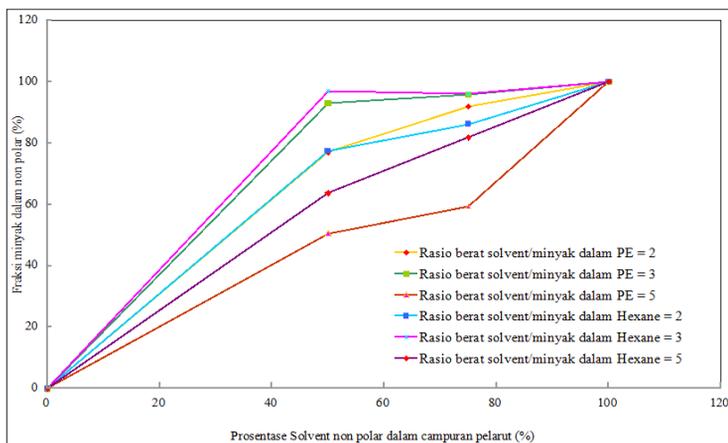
Relative Polarity	Formula	Group	Solvents
Non-polar ↓ Polar	R-H	Alkanes	Petroleum ethers, hexanes, ligroin
	Ar-H	Aromatics	Toluene
	R-O-R	Ethers	Diethyl ether
	R-X	Alkyl halides	Trichloromethane, chloroform
	R-COOR	Esters	Ethyl acetate
	R-CO-R	Aldehydes and ketones	Acetone, MEK
	R-NH2	Amines	Pyridine, triethylamine
	R-OH	Alcohols	MeOH, EtOH, IPA, Butanol
	R-COHN2	Amides	Dimethylformamide
	R-COOH	Carboxylic Acid	Ethanoic Acid
	H-O-H	Water	

Gambar 3 Tabel Polaritas Pelarut dirujuk dari[3]

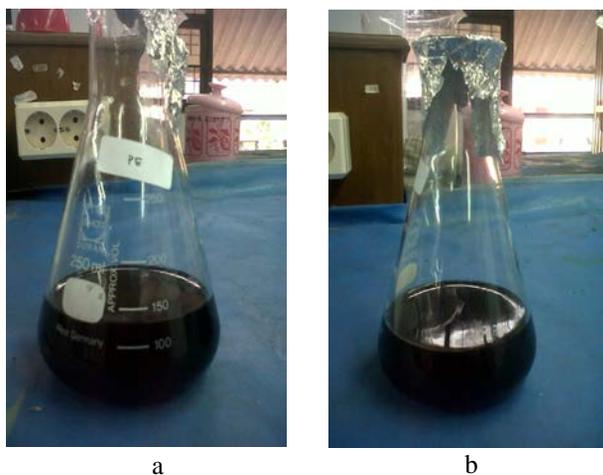
Solvent yang akan digunakan atas dasar sifat kelarutannya seperti ditunjukkan pada Gambar 2, jika solvent saling larut maka solvent tersebut tidak dapat digunakan, karena minyak tidak akan terpisah antara komponen polar dan polar / non polar dan non polar (bercampur) sesuai dengan pada gambar 3 Solvent dianjurkan yang memiliki titik didih dibawah 100°C agar mudah untuk diupakan.

II.I Tahap ekstraksi single stage

III.1.1 Efek rasio untuk solvent non polar dan polar



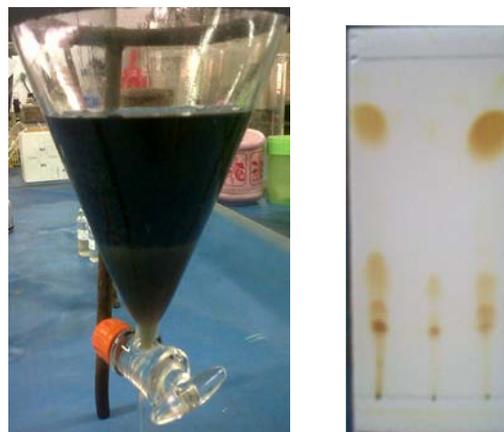
Gambar 4 Grafik pengaruh rasio berat solvent non polar -polar terhadap fraksi non polar



Gambar 5 Pemisahan TG pada rasio berat solvent non polar-polar (100:0) (a) Petroleum eter : methanol 100:0 (b) Hexane : methanol 100:0

Pada gambar 4 menunjukkan jumlah fraksi minyak dalam non polar pada berbagai keadaan rasio berat solvent terhadap minyak yang berbeda-beda. Titik tertinggi terdapat pada berat solvent non polar 100, tetapi solvent tersebut tidak dapat diproses lanjut karena solvent 100 gram memiliki perbandingan non polar : polar 100:0 sehingga minyak sebagian besar terlarut dalam solvent non polar seperti yang ditunjukkan pada gambar 5 Titik terendah terdapat pada berat solvent polar 100, tetapi solvent tersebut tidak dapat diproses lanjut karena solvent 100 gram memiliki perbandingan non polar : polar 0:100 sehingga minyak sebagian kecil terlarut dalam solvent non polar karena methanol memiliki kepolaran 5,1 sehingga minyak masih bisa terlarut dalam methanol serta dalam minyak nyamplung juga mengandung DG dan MG. DG dan MG memiliki fungsi sebagai surfaktan yaitu dapat melarutkan minyak dalam air, sehingga pada perbandingan non polar : polar 0:100 juga memiliki sifat larut sebagian besar dalam methanol.

Pada gambar 6 menunjukkan bahwa pada solvent non polar-polar (0:100) (Methanol) terjadi dua lapisan, pada lapisan bawah saat diuapkan sangat sedikit mengandung fraksi minyak yang terbawa solvent non polar, sehingga kami menggunakan titik (0,0) pada saat pembuatan grafik pengaruh rasio berat solvent non polar-polar terhadap



Gambar 6 Pemisahan TG pada rasio berat solvent non polar-polar (0:100) (Methanol)

Tabel 1. Data kondisi operasi pada single stage optimum

No	Sampel	% recovery TG	% kemurnian TG
1	PE:Methanol (5)	94,56	72,96
2	PE:Methanol (3)	98,63	71,46
3	Hexane:Methanol (3)	98,18	76,92

fraksi non polar untuk solvent non polar-polar (0:100).

Dari gambar 5 dan 6 dapat disimpulkan bahwa jika digunakan single solvent, maka minyak tidak memiliki kesempatan untuk memilih ke bagian manakah harus terlarut, apalagi jika digunakan n-hexana atau petroleum eter yang memiliki polarity index sebesar 0[4], sebagian besar minyak pasti akan terlarut pada solvent ini. Begitupun juga bila digunakan single solvent berupa methanol, maka peluang untuk terjadi separasi sangat kecil. Karena faktor inilah, pada akhirnya digunakan multi solvent agar terjadi separasi pada proses ekstraksinya. Fraksi non polar pada minyak nyamplung akan terikat pada solvent non polar, sedangkan fraksi polar tentu akan terlarut ke solvent polar.

Fraksi non polar dari konsentrasi 75:25 lebih bagus dibandingkan dengan konsentrasi (50:50) karena TG cenderung bersifat non polar sehingga dengan konsentrasi solvent non polar:polar (75:25) menyebabkan TG lebih banyak terikat dalam solvent non polarnya.

Dari hasil yang ditunjukkan oleh grafik PE:Methanol (75:25) dengan rasio solvent terhadap minyak sebesar 5 yang memiliki fraksi non polar terendah dengan perbandingan berat solvent yang sama, hal ini dapat digunakan sebagai acuan untuk proses selanjutnya.

Dari data tabel 1 dapat dipastikan untuk proses selanjutnya, yaitu proses multistage agar diperoleh hasil %TG yang optimum yaitu sampel PE:Methanol 75:25 pada kondisi operasi rasio solvent terhadap minyak sebesar 5

KESIMPULAN

Dari hasil percobaan dan hasil analisa yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa trigliserida banyak larut dalam solvent non polar yaitu hexane dan petroleum eter. Konsentrasi trigliserida dalam minyak nyamplung sebesar 74%. Trigliserida memiliki ikatan karbon yang kompleks sehingga memiliki titik didih yang tinggi oleh

karena itu belum dapat terdeteksi dalam GC-MS dan suhu operasi GC-MS yang berkisar hanya 250 °C

DAFTAR PUSTAKA

- [1] A.C. Dweck and T. Meadows, T., "Tamanu," *International Journal of Cosmetic Science*, No. 24 (2002) 1-8.
- [2] A. Jarosova, "Phthalic acid esters (PAEs) in the food chain," *Czech J. Food Sci.*, Vol. 24(2006), 223-231.
- [3] Departemen Kehutanan Badan Penelitian dan Pengembangan Kehutanan, *Nyamplung (Calophyllum inophyllum L.) Sumber Energi Biofuel yang Potensial*, Jakarta: Litbang Kehutanan(2008).
- [4] Sadek, Paul, 2002, *The HPLC Solvent Guide*, United States of America:Wiley of Interscience.
- [5] S.Hathurusingha, N.Ashwath, D. Midmore, "Periodic variation in kernel oil content and fatty acid profiles of *Calophyllum inophyllum* L.: A potential biodiesel feedstock in Australia," *Elsevier, biomass and bioenergy*, 35 (2011) 3448-3452.