Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi, Vol. 7, No. 2, 2002.102-109
Akreditasi Dikti Depdiknas RI No. 69/DIKTI/Kep/2002

ISSN : 1410-0177

Analisis Kromatografi Gas Beberapa Minyak Atsiri Unggulan dari Sumatera Barat

Adek Zambrud Adnan
Jurusan Farmasi Fakultas MIPA Universitas Andalas, Padang

Diterima 24 Maret 2002 : Disetujui 23 Agustus 2002

Abstract

A steam distillation of essential oil from the kernel of seed and the maces of *Myristica fragrans* and the barks of *Cinnamomum burmanii* has been done. The constituents of essential oils was analyzed by using GC-MS method.

Keyword : *Myristica fragrans, Cinnamomum burmanii,* essential oil, essential oil constituents.

Pendahuluan

Sumatera Barat dikenal sebagai daerah pengahasil berbagai tumbuhan yang mengandung minyak atsiri. Diantara tumbuhan tersebut ada yang telah berhasil dikembangkan menjadi komoditas eksport dan produk unggulan, misalnya kayu manis, pala, cengkeh, nilam dan gaharu. Disamping itu di Sumatera Barat juga banyak ditemui tumbuhan yang mengandung minyak atsiri namun belum dikembangkan sebagai potensi daerah, misalnya berbagai tumbuhan yang digunakan sebagai pengharum makanan seperti pandan, ruku-ruku, kemangi; tumbuhan yang digunakan dalam pengobatan tradisional, seperti sirih, beluntas, inggu dsb; serta tumbuhan yang digunakan sebagai pengharum atau bunga rampai, misalnya mawar, melati, cempaka, kenanga, keranyam dsb.

Tanaman *Cinnamomum burmanii* Blume berupa semak atau pohon kecil dengan tinggi 5 sampai 10 m. Yang digunakan sebagai simplisia adalah kulit batang yang dikeringkan. Monografi minyak kayu manis ditemui dalam Farmakope Indonesia Edisi III (Depkes, 1978) berisi uraian sebagai berikut : Minyak kayu manis adalah minyak atsiri yang diperoleh dari penyulingan kulit batang dan kulit cabang *Cinnamomum burmanii* Blume.

Corresponding author : Telp. (0751)-445472, Fax. (0751)-55475
E-mail : adek_adnan@yahoo.com

Kadar aldehida dihitung sebagai sinamil aldehida, C_9H_8O, tidak kurang dari 60,0% dan tidak lebih dari 75,0%. Pemerian, cairan, sulingan segar bewarna kuning, bau dan rasa khas. Jika disimpan menjadi coklat kemerahan. Bobot per ml, 1,000 g sampai 1,035 g; rotasi optik 0° sampai 2°; indek bias 1,573 sampai 1,595. Penggunaan, sebagai zat tambahan dan karminatif.

Menurut Ekstra Farmakope Indonesia (Depkes, 1974), simplisia dari *Myristica fragrans* adalah *Myristica* Semen dengan uraian sebagai berikut. Pala adalah inti biji *Myristica fragrans* Houtt; kadar minyak atsiri tidak kurang dari 5,0 % v/b, kadar minyak atsiri serbuk tidak kurang dari 4,0 % v/b; Pemerian, bau khas, aromatik, rasa agak pahit.

Sedangkan minyak pala atau Oleum *Myristica* dijelaskan sebagai berikut. Minyak pala adalah minyak atsiri yang diperoleh dengan penyulingan inti biji *Myristica fragrans* Houtt yang dikeringkan; Pemerian, cairan tidak bewarna atau kuning pucat, bau dan rasa spesifik; kelarutan dalam etanol, larut dalam 3 bagian etanol; Bobot per ml, 0,885 sampai 0,915 g; rotasi optik, + 10 $^{\circ}$ sampai + 25 $^{\circ}$; ndeks bias, 1,475 sampai 1,488; khasiat dan penggunaan, adalah sebagai karminatif.

Suatu kendala dalam perdagangan minyak atsiri adalah masalah kontrol kualitasnya, karena kesalahan dalam proses destilasi uap akan menghasilkan minyak atsiri dengan mutu yang

rendah. Dewasa ini penilaian minyak atsiri dalam negeri kebanyakan dilakukan hanya melalui pengukuran tetapan fisika, seperti bobot jenis, indek bias dan rotasi optik. Sebetulnya pengukuran tetapan fisika tersebut tidak dapat menjamin kualitas suatu minyak atsiri. Dua minyak atsiri yang terlihat mempunyai tetapan fisika yang sama, bisa saja mempunyai kandungan kimia yang tidak persis sama.

Kemajuan metoda analis dengan kromatografi gas yang dikopel dengan suatu spektrometer massa, yang dikenal dengan KG-SM atau GC-MS memungkinkan analis minyak atsiri secara kualitatif dan kuantitatif.

Sejauh ini belum diketahui data komponen kimia minyak atsiri yang diperoleh dari destilasi tumbuhan yang ada di Sumatera Barat dan belum ditetapkannya analisis komponen kimia sebagai dasar standardisasi minyak atsiri. Penelitian ini mencoba mendapatkan data kualitatif kandungan kimia beberapa minyak atsiri yang didestilasi uap dari tumbuhan Sumatera Barat. Dalam artikel ini akan dilaporkan hasil analis dua tumbuhan yang telah menjadi produk unggulan Sumatera Barat, yakni kayu manis dan pala.

Metoda Penelitian

Alat dan Bahan

Alat destilasi uap yang dirancang sendiri menggunakan bahan baja tahan karat (*stainless steel*). Alat penentuan minyak atsiri menurut Materia Medika Indonesia. Chromatograph Shimadzu QP 5000 dilengkapi dengan CBP column. Chromatograph GC-MS, GCQ-Finnigan dilengkapi dengan kolom kapiler panjang 30 m, diameter 0,25 mm, lapisan fasa diam 0,25 mm., alat-alat gelas, corong Buechner, vakum aliran air, penyaring kaca masir dll.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain ialah : kayu manis yang dikumpulkan di daerah Sungayang Batusangkar, pala dan masis dikumpulkan di daerah Lubuk Basung Kabupaten Agam, air suling, natrium sulfat.

Sebanyak 10 kg kayu manis kering yang telah dihaluskan menjadi butiran dengan diameter sekitar 4 mm didestilasi selama 6 jam. Destilat yang terbentuk dipisahkan dengan sebuah corong pisah. Lapisan minyak dikeringkan dengan natrium sulfat eksikatus, kemudian disaring dengan kaca masir dengan bantuan erlenmeyer isap dan pengurangan tekanan dengan aliran air kran. Minyak kayu manis hasil destilasi disimpan dalam botol coklat yang diisi penuh.

Destilasi uap inti biji pala (dengan kehalusan 3 mm) dan masis (kehalusan 5 mm) dilakukan dengan alat dan cara yang sama seperti destilasi uap kayu manis.

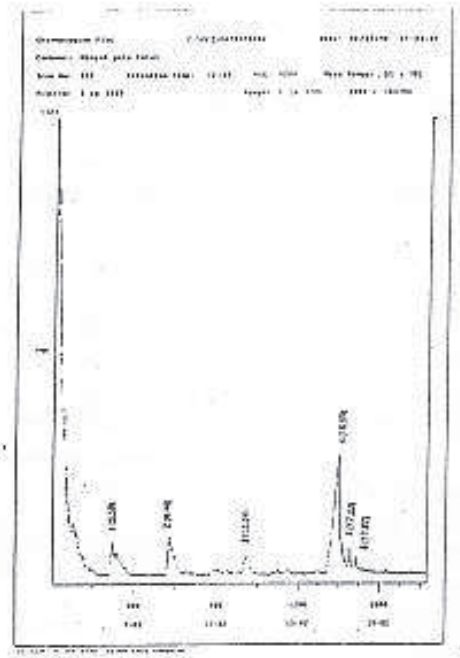
Analis GC-MS minyak atsiri

Minyak kayu manis dianalis dengan Chromatograph Shimadzu QP 5000 di Lembaga Biologi Nasional Bogor. Minyak pala dan minyak masis dianalis menggunakan Chromatogrph GC-MS, GCQ Finnigan Mat di Laboratorium Batan Jakarta.

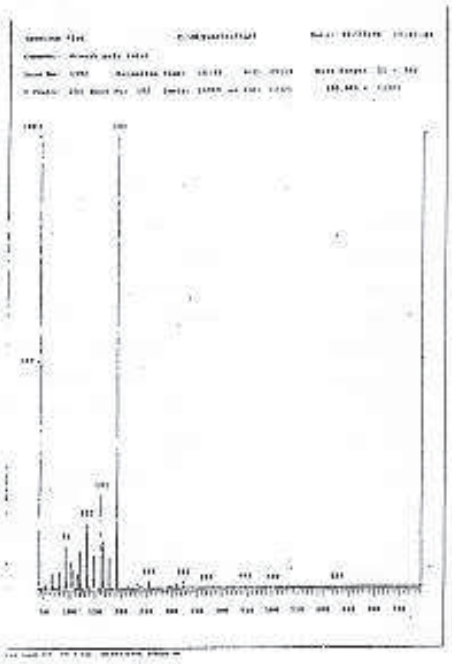
Hasil dan Pembahasan

Minyak inti biji pala hasil destilasi (rendemen 13,16%) dianalisis dengan metoda GC-MS, Kromatogramnya ditampilkan pada Gambar 1. Pada kromatogram terlihat buah puncak dengan waktu retensi berturut-turut 5,59; 8,46; 12,24; 16,59; 17,52 dan 17,87 menit. Analisis kualitatif puncak dilakukan dengan membandingkan spektrum masa tiap puncak dengan spektrum massa Library Wiley. Sebagai contoh akan diberikan analisis puncak-4.

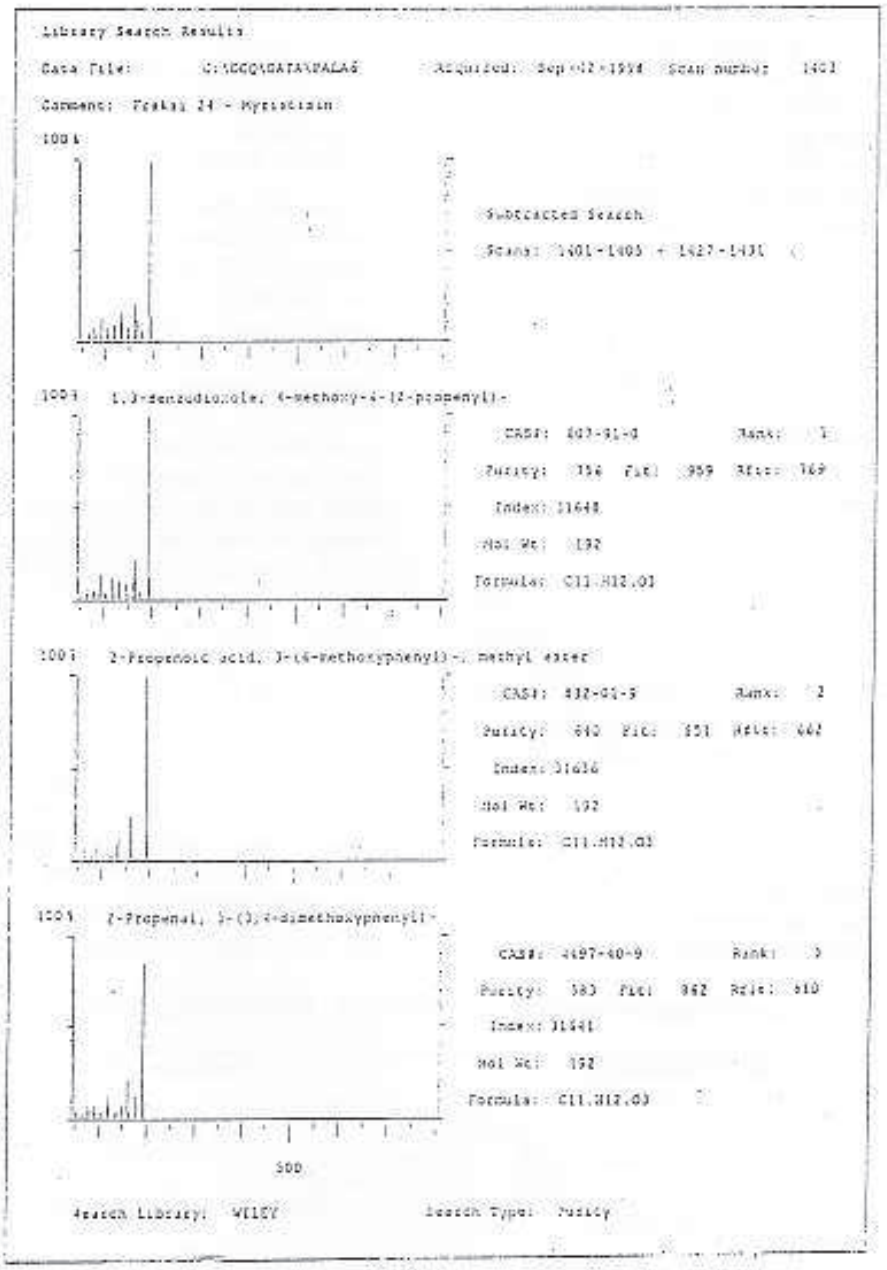
Spektrum massa puncak-4 ditampilkan pada Gambar 2. Pada spektrum massa puncak-4 terlihat ion molekul pada m/z 192 dan fragmen utama berturut-turut pada m/z 161, 133 dan 91. Spektrum massa puncak-4 dibandingkan dengan data Wiley Library dan ditambilkan pada Gambar 3. Dari Gambar 3 dapat dilihat ada tiga kemungkinan senyawa dengan berat molekul 192, dengan prioritas menurut urutan berikut 4-metoksi-6-(2-propenil)-1,3 benzodioksolo (miristisin), 3-(4-metoksi-fenil)-metil-ester 2-propenoat, dan 3-(3,4-dimetoksi-fenil)-2-propenal. Berdasarkan prioritas kimiripan spektrum massa ketiga senyawa diatas dan berdasarkan pertimbangan kemungkinan kandungan minyak biji pala, maka dapat disimpulkan bahwa puncak-4 dengan waktu retensi 16.59 menit adalah miristisin yang merupakan komponen utama minyak inti biji pala.



Gambar 1 : Kromatogram GC-MS minyak inti biji pala (*Myristica fragrans*)



Gambar 2 : Spektrum massa puncak-4 minyak inti biji pala (*Myristica fragrans*)



Gambar 3 : Identifiksi spektrum massa puncak-4 minyak inti biji pala dengan data Wiley Library

Dengan cara yang sama dilakukan analis terhadap puncak-1, 2, 3, 5 dan 6. Hasil analisis ternyata berhasil diidentifikasi semua puncak. Hasil identifikasi ditampilkan pada Tabel 1. Dari Tabel 1 dapat dilihat, bahwa minyak inti biji pala hasil isolasi mengandung komponen utama miristisin, elimisin dan safrol yang menurut referensi bertanggung jawab atas aroma dan aktivitas biologis minyak biji pala. Hasil urai miristisin dan elemisin akan memberikan senyawa yang strukturnya mirip dengan amfetamin dan mempunyai efek halusinogenik (Wagner, H., 1985). Ternyata dari minyak inti biji pala hasil isolasi tidak ditemukan beberapa komponen seperti yang diinformasikan, yakni, α-pinen, β-pinen dan terpinen-4 ol (Ikan, R., 1991) bila dibandingkan dengan informasi Pharmacopea Helvetica VI, ternyata dalam minyak inti biji pala hasil destilasi juga tidak ditemukan kandungan α-pinen, β-pinen, eugenol dan isoeugenol (Wagner, H., 1985).

Minyak masis pala (*Myristica fragrans*) hasil isolasi (rendemen 18,52 %) dianalis dengan metoda GC-MS. Kromatogram GC-MS ditampilkan pada Gambar 4. Pada Gambar 4 dapat dilihat 9 puncak dengan waktu retensi berturut-turut 4,03; 5,52; 6.10; 8,42; 12,23; 14,04; 16,50; 17,48 dan 19,23 menit. Setelah dilakukan analisis dengan cara yang sama dengan analisis minyak inti biji pala , ternyata semua puncak yang muncul dapat diidentifikasi dengan baik. Hasil identifikasi tersebut ditampilkan pada Tabel 2.

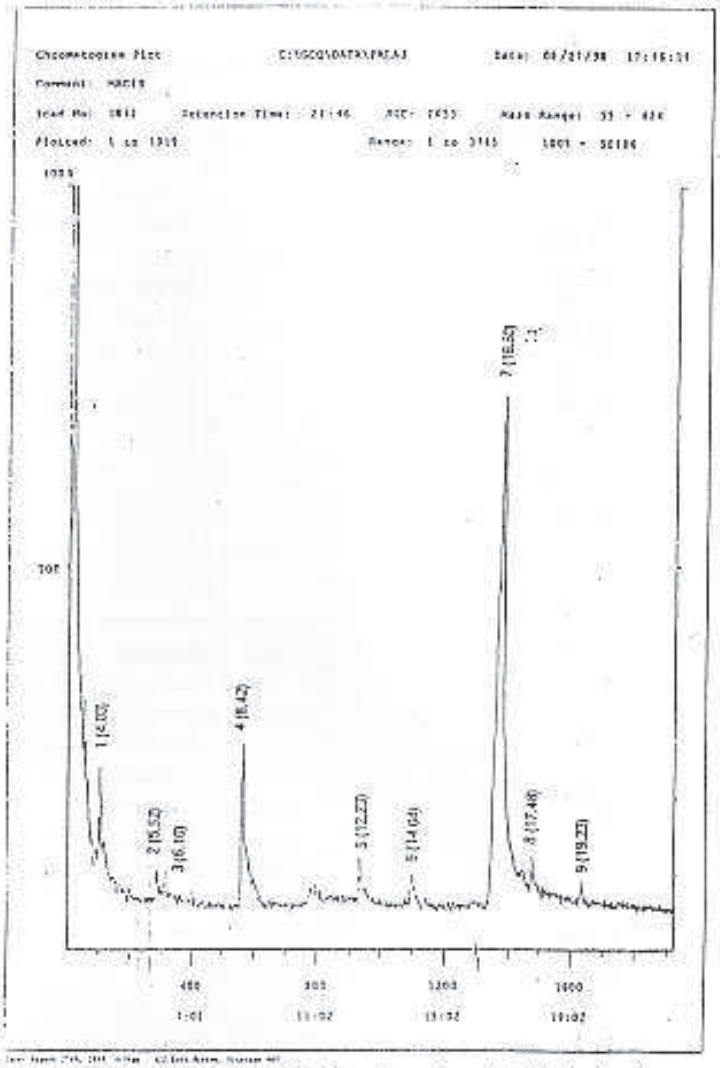
Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa minyak masis pala hanya mengandung komponen utama miristisin dan safrol dan tidak mengandung elimisin. Bila komponen minyak masis hasil isolasi dibandingkan dengan data referensi ternyata juga tidak ditemui adanya sabinen, α-pinen, β-pinen, terpinen-4 ol, eugenol, isoeugenol (Ikan, R., 1991; Wagner, H., 1985). Adanya 2 komponen fenol pada minyak masis pala , yakni 2-metoksi-4-(1-profenil)-fenol dan 2,6-dimetoksi-4-(2-profenil)-fenol akan mengakibatkan minyak ini lebih mudah rusak teroksidasi atau bereaksi dengan logam besi.

Minyak kayu manis (*Cinnamomum burmanii*) hasil destilasi (rendemen 1,26 %) dianalisis dengan metoda GC-MS. Kromatogram GC-MS ditampilkan pada Gambar 5. Dari Gambar 5 dapat dikenali 25 puncak yang selanjutnya dianalis dengan menggunakan data spektrum massa library. Ternyata dengan analisis tersebut dapat diidentifikasi semua puncak dan hasilnya ditampilkan pada Tabel 3.

Dari tabel 3 dapat dilihat bahwa minyak kayu manis hasil destilasi mengandung komponen utama sinamil aldehida dengan kadar yang tinggi (65,88 %) dan aldehida lainnya seperti benzal dehida dan benzal malonat dialdehida. Dari referensi diketahui bahwa minyak *Cinnamomum zeylanicum* , yang merupakan tumbuhan obat resmi di Eropa mengandung sinamal dehida (65-75 %), eugenol 5 % dan o-metoksi sinamil aldehida, β-karyofilen (Wagner, H., 1985; Stahl, E dan Schild, W., 1981). Bila dibandingkan dengan minyak *Cinnamomum zeylanicum*, ternyata minyak *Cinnamomum burmanii* hasil destilasi juga mengandung sinamil aldehida yang tinggi, malahan dengan komponen yang lebih kompleks.

Tabel 1 : Data GC-MS minyak inti biji pala (*Myristica fragrans* Houtt)

No. Puncak	Waktu retensi	Rumus molekul	Bobot molekul	Senyawa kimia
1	5,59	$C_{10}H_{18}O$	154	cis-sabinen hidrat
2	8,46	$C_{10}H_{10}O_2$	162	5-(2-profenil)-1,3-benzodioksolo / safrol
3	12,24	$C_{15}H_{24}$	204	epi-bisikloseskuifelandren
4	16,59	$C_{11}H_{12}O_3$	192	4-metoksi-6-(2-profenil)-1,3 benzodioksolo/miristisin
5	17,52	$C_{15}H_{24}$	204	kadinen
6	17,87	$C_{12}H_{16}O_3$	208	2,4,5-trimetoksi-1-profenilbenzen / elemisin



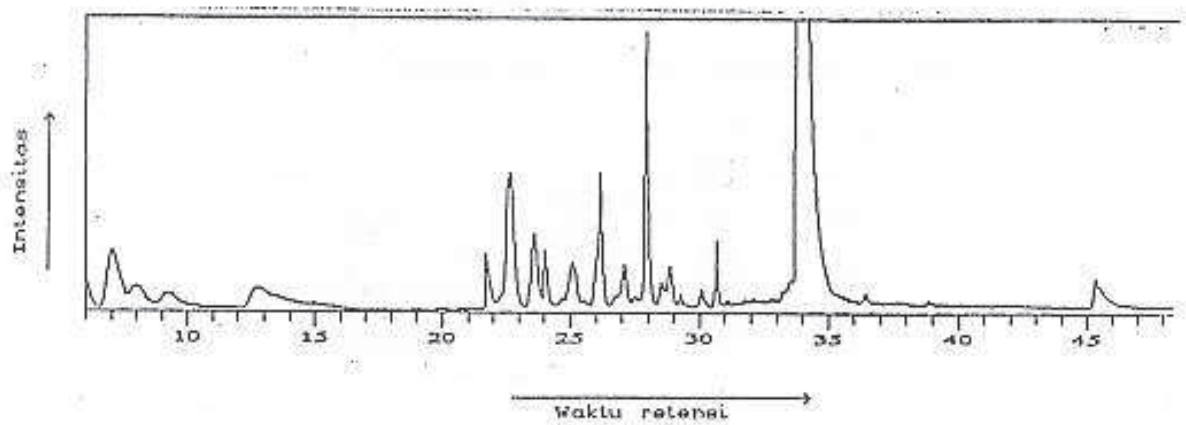
Gambar 4 : Kromatogram GC-MS minyak masis pala (*Myristica fragrans*)

Tabel 2 : Data GC-MS minyak masis pala (*Myristica fragrans*)

No. Puncak	Waktu retensi	Rumus molekul	Bobot molekul	Senyawa kimia
1	4,03	$C_{10}H_{16}$	136	α-terpinolen
2	5,52	$C_{15}H_{25}O_2$	238	N-terpinil ester isopentanoat
3	6,10	$C_{10}H_{16}$	136	m-menta-1,8-diena
4	8,42	$C_{10}H_{10}O_2$	162	5-(2-profenil)-1,3-benzodioksolo
5	12,23	$C_{11}H_{14}O_2$	178	1,2-dimetoksi-4-(1-profenil)-benzen
6	14,04	$C_{10}H_{12}O_2$	164	2-metoksi-4-(1-profenil)-fenol
7	16,50	$C_{11}H_{12}O_3$	192	4-metoksi-6-(2-profenil)-1,3-benzodioksolo/ miristisin
8	17,48	$C_{12}H_{16}O_3$	208	1,2,3-trimetoksi-5-(2-profenil)-benzen / safrol
9	19,23	$C_{11}H_{14}O_3$	194	2,6-dimetoksi-4-(2-profenil)-fenol

Tabel 3 : Data GC-MS minyak kayu manis (*Cinnamomum burmanii* Blume)

No. Puncak	Waktu retensi	Luas area (%)	Senyawa kimia
1	7,043	3,63	β-osimen
2	8,011	1,31	β-pinen
3	9,256	0,45	linalil propionat
4	12,799	0,54	sineol
5	21,737	1,25	benzal dehida
6	22,267	0,20	γ-kadinen
7	22,688	5,56	α-kubeben
8	23,623	2,49	borneol asetat
9	24,055	1,24	kamfen hidrat
10	24,717	0,27	naftalena
11	25,113	1,73	karyofilena
12	25,570	0,16	eremofilena
13	26,033	0,71	piktosin
14	26,195	2,47	terpineol
15	26,783	0,28	mirsenol
16	27,107	1,19	alloaromadenren
17	27,551	0,23	ledena
18	27,959	5,24	isokaryofilena
19	28,549	0,57	kopaina
20	28,885	1,00	kalarena
21	29,288	0,16	α-ionena
22	30,085	0,40	kalamenena
23	30,670	0,74	benzal malonat dialdehida
24	31,117	0,09	fenil etinil karbinol
25	33,267	0,13	α-indane
26	33,550	0,66	germakrena
27	33,882	65,88	sinamil aldehida
28	36,460	0,16	o-hidroksi-sinamat
29	45,344	1,26	kumarin



Gambar 5 : Kromatogram GC-MS minyak kayu manis (*Cinnamomum burmanii*)

Kesimpulan

Dari minyak inti biji pala (*Myristica fragrans*) hasil destilasi uap berhasi diidentifikasi dengan metoda GC-MS sebanyak 6 komponen, yaitu cis-sabinen hidrat; 5-(2-profenil)-1,3-benzodioksolo / safrol; epi-bisikloseskuifelandren; 4-metoksi-6-(2-profenil)-1,3 benzodioksolo / miristisin; kadinen dan 2,4,5-trimetoksi-1-profenilbenzen / elemisin.

Dari minyak masis pala (*Myristica frgrans*) hasil destilasi uap berhasil diidentifikasi dengan metoda GC-MS sebanyak 9 komponen, yakni α-terpinolen; N-terpinil ester isopentanoat; m-menta-1,8-diena; 5-(2-profenil)-1,3-benzodioksolo; 1,2-dimetoksi-4-(1-profenil)-benzen; 2-metoksi-4-(1-profenil)-fenol; 4-metoksi-6-(2-profenil)-1,3-benzodioksolo / miristisin; 1,2,3-trimetoksi-5-(2-profenil)-benzen / safrol; 2,6-dimetoksi-4-(2-profenil)-fenol.

Dari minyak kayu manis (*Cinnamomun burmanii*) hasil destilasi uap berhasil dianalisis dengan metoda GC-MS sebanyak 29 komponen , yakni β-osimen; β-pinen; linalil propionat; sineol; benzal dehida; γ-kadinen; α-kubeben; borneol asetat; kamfen hidrat; naftalena; karyofilena; eremofilena; piktosin; terpineol; mirsenol; alluaromadenren; ledena; isokaryofilena; kopaina; kalarena; α-ionena; kalamenena; benzal malonat dialdehida; fenil etinil karbinol; α-indane; germakrena; sinamil aldehida; o-hidroksi-sinamat; kumarin.

Analisis dengan metoda GC-MS dapat mengidentifikasi komponen utama minyak atsiri, yakni miristisin untuk minyak inti biji pala dan masis pala (*Myristica fragrans*) dan sinamil aldehida untuk minyak kayu manis (*Cinnamomum burmanii*). Data analisis dapat digunakan untuk identifikasi minyak pala dan minyak masis (*Myristica fragrans*) dan minyak kayu manis (*Cinnamomun burmanii*).

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Dr. Chairul, MSc, Apt di Lembaga Biologi Nasional Bogor dan Dr. Made Sumantra di Batan, Jakarta yang telah membantu analisis dengan GC-MS.

Daftar Pustaka

Departemen Kesehatan, 1978, *Farmakope Indonesia*, Edisi 3.

Departemen Kesehatan, 1974, *Ekstra Farmakope Indonesia*, Jakarta.

Guenther, E., The Essential Oils, Robert E. Krieger Publishing Co., Inc., Huttington, 1990, terjemahan Ketaren , S., *Minyak Atsiri*, Jilid IV A, UI- Press, Jakarta.

Ikan, R., 1991, *Natural Products, A Laboratory Guide*, Second Edition, Academic Press, Inc., San Diego, New York, Boston, London, Sydney, Tokyo, Toronto.

Stahl, E. and W. Schild, 1981, *Pharmazeutische Biologie, 4. Drogenanalyse II : Inhaltsstoffe und Isolierungen*, Gustav Fischer Verlag, Stuttgart, New York.

Wagner, H., 1985, *Pharmazeutische Biologie, 2. Drogen und ihre Inhaltssoffe*, 3. Auflage, Gustav Fischer Verlag, Stuttgart, New York.