

IDENTIFIKASI SENYAWA KARDANOL HASIL ISOLASI CNSL ASAL ALOR BERDASARKAN SPEKTRUM FTIR DAN GC-MS

Zakarias Seba Ngara ¹⁾

I Gusti M. Budiana ²⁾

Ali Warsito ¹⁾

Indri Amitiran ¹⁾

¹⁾ Jurusan Fisika, Universitas Nusa Cendana

²⁾ Jurusan MIPA, Prodi Kimia FKIP, Universitas Nusa Cendana

ABSTRACT

The identification of cardanol compound from isolation of CNSL from Alor based on FTIR and GC-MS spectra has been done. The isolation of CNSL using silica gel of GF₂₅₄ by sochlet extraction technic. The separation of cardanol compound Pemisahan senyawa kardanol from CNSL using thin film cromatografic by comparition of kloroform : ethanol is 1:1. Based on the analysis result of FTIR, it is a fenol compound that is shown O-H bound on 3371,57 cm⁻¹, alchil bound on 2924,01 cm⁻¹ and 2854, 65 cm⁻¹, -CH₂ bound on 1458,18 cm⁻¹ and -CH₃ bound on 1350,17 cm⁻¹, aromatic ring on 1705,07 cm⁻¹ and C=O bound on 1157,20 cm⁻¹, and 1265,03 cm⁻¹. Based on GC-MS spectra, it is obtained that fenol compound is cardanol compound with purity level is 94.78% and weigth molecule is 302.

Keywords : CNSL, cardanol, FTIR, GC-MS.

Dalam Fisika material dan kimia material, penelitian bahan-bahan organik sedang mengalami perkembangan pesat untuk dimanfaatkan dalam kehidupan manusia. Sebelum dimanfaatkan, material-material organik perlu dikaji sifat-sifat fisika dan kimianya.

Pada tahun 2008, Ngara & Budiana, dalam Penelitian Dosen Muda (PDM) telah berhasil menentukan celah energi minyak kulit biji jambu mete yang disebut *chasew Nut Shield Liquid* (CNSL) asal Nusa Tenggara Timur (NTT). Berdasarkan hasil penelitian mereka, celah energi CNSL asal Alor, Belu, Kota Kupang, Sikka, dan Sumba Barat Daya masing-masing adalah 3,02 eV, 3,22 eV, 3,1eV, 2,99 eV, dan 3,06 eV. Penelitian Ngara & Budiana tersebut belum sampai pada proses isolasi CNSL untuk memperoleh senyawa-senyawa penyusun CNSL. Salah satu senyawa penyusun CNSL adalah kardanol. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengisolasi CNSL asal Alor dan mengidentifikasi senyawa kardanol berdasarkan spektrum FTIR dan GC-MS.

MATERI DAN METODE

Materi

Salah satu daerah penghasil jambu mete di NTT adalah Kabupaten Alor. Ditinjau dari aspek botani, tanaman jambu mete (*anacardium occidentale L*) termasuk dalam famili anacardiaceae dan Spesies *Anacardium occidentale L* [Ngara & Budiana, 2008]. Buah jambu mete terdiri atas dua bagian, yaitu buah mete glondong dan buah jambu. Buah mete glondong adalah buah yang sebenarnya yang mengandung biji mete. Sedangkan buah jambu adalah buah yang semu. Bentuk buah jambu mete ditunjukkan pada gambar 1. Produk utama jambu mete adalah biji dan buah mete. Di dalam kulit biji jambu mete mengandung CNSL. Jika kulit biji jambu mete diekstraksi dengan pelarut organik, misalnya pelarut etanol, CNSL dapat diperoleh. CNSL ini dapat menjadi sumber senyawa-senyawa kimia yang dapat diaplikasikan sebagai pelapis, polimer maupun surfaktan [Budiana, 2005].



Gambar 1 Buah jambu mete
(Ngara&Budiana, 2008)

Kulit biji jambu mete terdiri atas lapisan epikarp, mesokarp dan endokarp yang beratnya kira-kira 40-50 % dari berat total biji jambu mete. Dalam lapisan mesokarp mengandung CNSL. [Muljoharjo, 1990]. Komponen utama CNSL adalah asam anakardat, yaitu sebanyak 90%. Apabila CNSL dipanaskan, asam anakardat akan mengalami dekarboksilasi menjadi kardanol (3-alkil fenol) [Nunung, 1994]. Komposisi CNSL terdiri atas asam anakardat (71,8%), kardanol (18,7%), kardanol (4%) dan dua jenis senyawa minor yang tidak diketahui [Budiana, 2005]. Senyawa-senyawa penyusun CNSL tersebut dapat dipisahkan menggunakan kromatografi terargentasi perak nitrat.

Kelebihan kardanol adalah a) kepemilikan rantai karbon yang panjang, sehingga dapat digunakan sebagai bahan dasar untuk sistesis selanjutnya. Misalnya penggunaan kardanol sebagai bahan dasar untuk sistesis garam amonium kuarterner yang dapat digunakan sebagai katalis transfer fase, sebagai desinfektan, germisida maupun sanitizing agen, yang sangat diperlukan dalam industri makanan dan susu [Budiana, 2005], b) senyawa kardanol mengandung gugus OH yang sangat memungkinkan untuk dilakukan sintesis pada senyawa tersebut dengan menggunakan logam misalnya Besi (Fe), perak (Ag), Magnesium (Mg), dan seng (Zn) sehingga menghasilkan senyawa kompleks kardanol. Identifikasi senyawa dari suatu sampel menggunakan spektrum FTIR, GC-MS dan H-NMR. Sifat-sifat fisika CNSL asal Alor yang telah diteliti oleh orang lain, yaitu celah energinya 3.02 eV [Ngara & Budiana, 2008], indeks bias dan viskositasnya masing-

masing 1,46 dan 0,28 kg/m.s (Lalus, dkk, 2009). CNSL yang diperoleh, diisolasi dengan silika gel yang terinpregnasi perak nitrat untuk memperoleh senyawa kardanol.

Spektrum FTIR dan GC-MS

Spektrofotometri inframerah merupakan salah satu metode karakterisasi senyawa kimia yang didasarkan atas interaksi antara sinar inframerah dengan vibrasi ikatan yang terjadi dalam suatu molekul senyawa. Apabila sinar inframerah dilewatkan melalui cuplikan senyawa organik, sejumlah frekuensi diserap sedangkan frekuensi lain diteruskan atau ditransmisikan tanpa diserap [Budiana, 2008].

Pada suhu biasa molekul-molekul organik dalam keadaan vibrasi yang tetap, setiap ikatan mempunyai frekuensi rentangan (*stretching*) atau bengkokan (*bending*) yang karakteristik dan dapat menyerap sinar pada frekuensi tersebut sehingga frekuensi vibrasi suatu ikatan antara dua atom akan berbeda jika atom-atom yang terikat juga berbeda. Nilai frekuensi vibrasi antara dua atom dirumuskan sebagai berikut:

$$f = 4,12 \sqrt{\frac{K}{\mu}}$$

(1)

dengan f , K , μ , masing-masing adalah frekuensi vibrasi, konstanta gaya ikatan, massa tereduksi.

$$\mu = \frac{m_1 \cdot m_2}{m_1 + m_2}$$

(2) dengan m_1 , m_2 masing-masing adalah massa atom unsur 1 dan massa atom unsur 2.

Berdasarkan rumus di atas frekuensi vibrasi suatu ikatan tergantung pada konstanta gaya dan nilai massa tereduksi. Frekuensi untuk vibrasi rentangan lebih besar daripada frekuensi vibrasi bengkokan. Hal ini disebabkan oleh tenaga rentangan lebih besar dibandingkan tenaga bengkokan ikatan. Disamping faktor konstanta gaya dan massa tereduksi, frekuensi vibrasi juga dipengaruhi oleh penggabungan vibrasi maupun ada tidaknya ikatan hidrogen. Penggabungan vibrasi misalnya terjadi pada anhidrida asam karboksilat, akibat penggabungan dua gugus karbonil menyebabkan timbulnya dua serapan C=O sekitar $1800 \text{ cm}^{-1} - 1900 \text{ cm}^{-1}$. Pengaruh ikatan hidrogen terutama terjadi dalam senyawa-senyawa yang mengandung ikatan O-H dan N-H. Adanya ikatan hidrogen ini menyebabkan terjadinya perubahan bentuk spektrum dan nilai frekuensi vibrasi. Sebagai contoh ikatan O-H pada fenol bebas memiliki frekuensi $3650 \text{ cm}^{-1} - 3600 \text{ cm}^{-1}$. Sedangkan fenol dengan ikatan hidrogen pada $3500 \text{ cm}^{-1} - 3200 \text{ cm}^{-1}$. Nilai frekuensi vibrasi beberapa ikatan dalam senyawa organik diberikan dalam Tabel 1, [Budiana, 2008].

Tabel 1. Frekuensi Vibrasi beberapa ikatan dalam senyawa organik

Jenis vibrasi	Frekuensi (cm ⁻¹)	Jenis Vibrasi	Frekuensi (cm ⁻¹)
C-H Alkana (str)	3000-2850	C-O, Alkohol	1300-1000
-CH ₃ (Bend)	1450-1375	Ester, Eter,	
-CH ₂ (bend)	1465	As. Karboksilat	
Alkena (str)	3100-3000	O-H, Alkohol,	
Aromatik (str)	3150-3050	Fenol.	
Alkana(str)	3300	-Bebas	3650-3600
Aldehid (str)	2900-2800	Ik.Hidrogen	3500-3200
C=C, Alkena	1680-1600	C-H, Amina	1350-1000
Aromatik	1600-1475		
C=C, Alkana	2250-2100	C=N, Imina	1690-1640
C=O, Aldehid	1740-1720	S-H	2580
Keton	1725-1705		
As, Karboksilat	1725-1700	C=N	2250
Ester	1750-1730		
Amida	1670-1640		
Anhidrida	1810-1760		

Untuk mengetahui tingkat kemurnian dan struktur molekul suatu senyawa digunakan spektroskopi GC-MS.

Metode Penelitian

Persiapan kulit biji jambu mete asal Alor

Pengambilan sampel-sampel biji jambu mete dari daerah NTT, yaitu dari Alor dan Belu. Kemudian biji-biji jambu mete tersebut dikupas kulitnya dan dijemur selama 5 hari. Setiap hari dijemur selama 8 jam. Selanjutnya kulit-kulit biji jambu mete yang sudah kering tersebut dihancurkan dan dihaluskan dengan blender. Sampel-sampel yang telah dihaluskan disimpan dalam tabung untuk proses ekstraksi.

Ekstraksi kulit biji jambu mete asal Alor

- Kulit biji jambu mete yang telah dihaluskan tersebut di atas ditimbang 50 gram, kemudian dibungkus dengan kertas saring membentuk gulungan dengan ukuran sesuai dengan ukuran besarnya tabung sokhlet. Setelah tabung sokhlet terisi gulungan kulit biji jambu mete, labu gelas diisi dengan etanol (sebagai pelarut) kurang lebih setengah dari kapasitas labu.
- Alat sokhlet yang telah diisi dengan serbuk kulit biji jambu mete dipanaskan di atas pemanas air (*water bath*) sampai pelarut etanol mendidih selama kurang lebih 2 jam. Kemudian dilanjutkan dengan proses destilasi untuk memisahkan pelarut etanol dengan sampel CNSL. Proses destilasi berlangsung kurang lebih 1

jam. Sampel yang diperoleh setelah destilasi pertama ini disebut CNSL. Karena diduga sampel CNSL hasil destilasi pertama masih mengandung pelarut etanol, dilakukan proses destilasi kedua. Hasil sampel destilasi kedua ini diduga masih mengandung etanol sehingga dilakukan proses evaporator. Sampel CNSL inilah yang diisolasi untuk memperoleh senyawa kardanol. Untuk memperoleh CNSL yang banyak, proses ekstraksi sampel dilakukan berulang-ulang dengan prosedur yang sama.

Isolasi CNSL asal Alor

- a. Senyawa-senyawa penyusun CNSL dipisahkan berdasarkan ketidakjenuhannya menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT) dengan adsorben silika gel GF₂₅₄ yang terinpregnasi perak nitrat (AgNO₃). Plat KLT yang sudah dilapisi silika gel dipanaskan pada suhu 100⁰C selama 30 menit.
- b. Dibuat larutan CNSL asal Alor dengan konsentrasi 5%. Larutan tersebut ditotolkan pada plat KLT yang sudah diaktivasi, dalam bentuk garis. Totolan diusahakan tidak terendam oleh eluen ketika proses elusi. Plat tersebut selanjutnya dimasukkan ke dalam chamber ukuran besar dan dielusi plat diangkat dan pola kromatogramnya dilihat dibawah lampu UV 254 nm.
- c. Jika hasil uji lampu UV 254 nm terbukti adanya pemisahan senyawa, proses selanjutnya adalah proses kolom untuk memperoleh sampel yang lebih banyak dan lebih cepat. Selanjutnya sampel yang diperoleh dari proses kolom diuapkan pelarutnya sehingga diperoleh isolat. Setiap isolat diuji kemurniannya menggunakan kromatografi lapis tipis dua arah. Setiap isolat tunggal diidentifikasi menggunakan spektroskopi IR, dan spektroskopi GC-MS sehingga dapat diketahui isolat tersebut merupakan kardanol atau bukan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

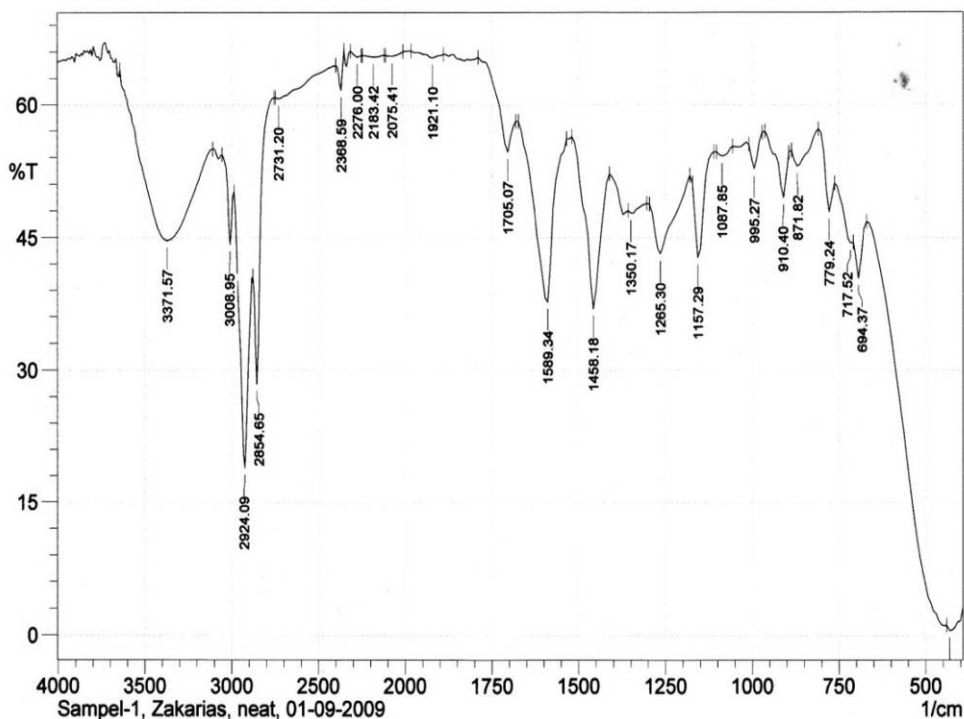
Hasil Penelitian

Penggunaan pelarut etanol dalam proses ekstraksi ini bertujuan untuk menarik komponen-komponen senyawa metabolit sekunder yang bersifat polar ke dalam etanol. Proses ekstraksi kulit biji jambu mete menghasilkan CNSL. Untuk memperoleh senyawa kardanol, CNSL diisolasi dengan metode kromatografi lapis tipis dengan perbandingan kloroform dan eluennya adalah 1:1. Untuk memperoleh senyawa kardanol dalam jumlah yang banyak dan cepat dilakukan dengan proses pengkoloman. Senyawa kardanol ini diduga masih mengandung pelarut sehingga perlu diuapkan. Untuk menyakinkan bahwa

senyawa tersebut adalah senyawa kardanol, senyawa ini diuji dengan spektroskopi FTIR, dan GC-MS. Pengujian dengan FTIR dan GC-MS sudah cukup memberikan informasi tentang kardanol. Warna kardanol asal Alor adalah kuning coklat agak hitam.

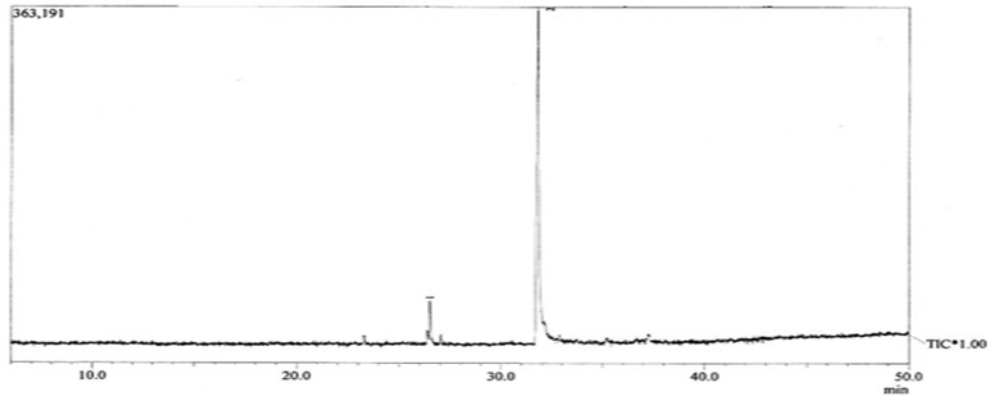
Kajian Spektrum FTIR dan GC-MS senyawa kardanol asal Alor

Spektrum FTIR senyawa kardanol asal Alor ditunjukkan pada gambar 2 . Berdasarkan gambar 2, dapat diketahui bahwa adanya gugus OH Yang muncul pada frekuensi 3371,57 cm^{-1} . Gugus alkil muncul pada 2924,01 cm^{-1} dan 2854, 65 cm^{-1} . Gugus alkil ini adalah metilen (-CH₂) pada 1458,18 cm^{-1} dan metil (-CH₃) pada 1350,17 cm^{-1} . Disamping itu munculnya Serapan pada 1705,07 cm^{-1} yang menunjukkan adanya cincin aromatik. Gugus C=O muncul 1157,20 cm^{-1} , dan 1265,03 cm^{-1} . Berdasarkan data-data spektrum FTIR tersebut diperoleh bahwa senyawa tersebut adalah senyawa kardanol. Untuk lebih menyakin bahwa senyawa yang diperoleh adalah senyawa kardanol, dilakukan analisis GC-MS. Analisis GC bertujuan untuk mengetahui kemurnian senyawa kardanol yang diperoleh. Sedangkan analisis MS bertujuan untuk mengetahui berat molekul senyawa kardanol. Spektrum GC-MS senyawa kardanol asal Alor ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 2

Berdasarkan gambar 2, dapat diketahui bahwa sampel yang dianalisis hanya mengandung dua macam senyawa dengan senyawa paling dominan memiliki waktu resistensi 32,042 menit dan memiliki tingkat kemurnian 94,78%. Berdasarkan hasil spektroskopi massa dapat diketahui bahwa senyawa yang dominan tersebut senyawa kardanol dengan massa Molekul adalah 302



Gambar 3

Gambar 5.1a Spektroskopi FTIR kardanol asal Alor

SIMPULAN

Kesimpulan

Telah berhasil dilakukan isolasi CNSL asal Alor dengan perbandingan kloroform : etanol adalah 1:1. Berdasarkan spektrum FTIR, diperoleh beberapa gugus, yaitu adanya gugus OH pada frekuensi $3371,57\text{ cm}^{-1}$, Gugus alkil pada frekuensi $2924,01\text{ cm}^{-1}$ dan $2854,65\text{ cm}^{-1}$, Gugus alkil ini adalah metilen ($-\text{CH}_2$) pada $1458,18\text{ cm}^{-1}$ dan metil ($-\text{CH}_3$) pada $1350,17\text{ cm}^{-1}$, adanya serapan pada $1705,07\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya cincin aromatik dan Gugus $\text{C}=\text{O}$ muncul $1157,20\text{ cm}^{-1}$, dan $1265,03\text{ cm}^{-1}$. Berdasarkan spektrum GC-MS, diperoleh bahwa senyawa fenol tersebut adalah senyawa kardanol dengan tingkat kemurnian 95% dan berat molekul 302.

Saran

Dalam proses identifikasi ini, perlu dilakukan uji H-NMR untuk mendapatkan informasi yang lebih lengkap tentang enyawa kardanol.

Ucapan terima kasih

Pada kesempatan ini, kami mengucapkan terima kasih kepada DP2M Jakarta yang telah menyediakan dana untuk mendanai penelitian ini melalui DIPA Undana tahun 2009 dan LEMLIT Undana yang memfasilitasi terlaksananya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Budiana, I.M.N. 2005. Isolasi dan Identifikasi Senyawa Kardanol dari Kulit Biji Jambu Mete (*Anacardium Occidentale L*) asal Flores Timur NTT. *Buletin Penelitian dan Pengembangan Alumni IAEUP Undana*, Volume 7, hal: 40-46, ISSN : 1412-3703.
- Budiana. 2008. *Bahan Ajar Kimia Organik*, Prog.Studi kimia, Jur. MIPA FKIP Undana. Kupang.
- Lalus, H.F., Amitiran, I., Mala, H.U. 2009. *Kajian Sifat Mekanika dan Optik Minyak Cashew Nut Shell Liquid Hasil Ekstraksi dari Kulit Biji Jambu Mete Asal Nusa Tenggara Timur*. Laporan Penelitian Kreativitas Mahasiswa (PKM). Fisikla FST Undana, Kupang.
- Muljoharjo. 1990. *Jambu Mete dan Teknologi Pengelolaannya*. Liberty, Yogyakarta.
- Ngara,Z.S., dan Budiana, I.M.N. 2008. *Kajian spektrum Serapan dan Penentuan Celah Energi Minyak Kulit Biji Jambu Mete asal Nusa Tenggara Timur sebagai Bahan Aktif Alternatif pada Piranti Elektronika*. Laporan Penelitian Dosen Muda. Undana. Kupang
- Nunung, M. 1994. *Jambu Mete dan Pembudidayaannya*. Kanisius. Yogyakarta.