

Identifikasi kandungan *Squalene* dari Minyak Nyamplung (*calophyllum inophyllum*)

Teguh Saputra, Anggita Claratika, 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—Sebuah studi baru mencatat temuan yang mengkhawatirkan. Sekitar 100 juta ekor ikan hiu mati setiap tahunnya. Berbagai eksploitasi telah dilakukan untuk keperluan manusia, salah satunya dengan memperdagangkan minyak hati ikan hiu, yang disebut *squalene*. *Squalene* kini menjadi salah satu bahan mahal untuk pembuatan kosmetik dan pelembap, serta kerap dijual dalam bentuk pil sebagai suplemen dan mampu mengobati berbagai penyakit. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari indentifikasi kandungan *squalene* (senyawa non polar) dari minyak nyamplung (*Calophyllum inophyllum*). Identifikasi dilakukan melalui hasil ekstraksi multi stage 8 kali dilanjutkan dengan metode *stirred batch-wise*. Ekstraksi dilakukan sebagai alternatif saponifikasi. Metode *stirred batch-wise* dilakukan pada suhu -6°C sebanyak 5 batch dan dicampur menjadi satu sampel. Setelah sampel diuji dengan TLC dan GC-MS, komponen *squalene* dapat teridentifikasi dan ter-recovery 100% dengan kadar 1,71 %.

Kata Kunci—Ekstraksi, nyamplung, *squalene*, *stirred batch-wise*.

I. PENDAHULUAN

Squalene adalah senyawa hidrokarbon yang mempunyai aplikasi didalam pembuatan kosmetik dan biosintesa kolesterol [1]. *Squalene* kini menjadi salah satu bahan mahal untuk pembuatan kosmetik dan pelembap, serta kerap dijual dalam bentuk pil sebagai suplemen dan mampu mengobati berbagai penyakit. *Squalene* dapat diproduksi oleh tubuh manusia, hanya jumlahnya sangat sedikit dan produksi *Squalene* akan semakin berkurang jumlahnya seiring dengan bertambahnya usia dan kondisi kesehatan yang tidak selalu sehat, sehingga manusia perlu tambahan dari luar atau dari makanan. Sebenarnya senyawa *Squalene* mudah ditemukan karena senyawa ini dihasilkan oleh semua makhluk hidup hanya kadarnya relatif sedikit, salah satunya adalah Nyamplung.

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 [2].

Tujuan penelitian ini adalah mengidentifikasi kandungan *squalene* dari minyak nyamplung menggunakan metode ekstraksi pelarut multi stage 8 kali untuk memperoleh fraksi lemak non-polar (*Non Polar Lipid fraction*, NPLF), dan dilanjutkan dengan metode *stirred batch-wise* untuk

memperoleh *squalene* dari NPLF [3]. Identifikasi kandungan dari minyak ditentukan dengan analisa TLC dan GC-MS.

II. METODOLOGI PENELITIAN

2.1 Bahan yang digunakan

Minyak nyamplung diperoleh dari Koperasi Tani Jarak Lestari, yang berada di Jawa Tengah. Bahan-bahan kimia seperti hexane, methanol, ethanol, Petroleum Eter, dibeli dari PT. Bratachem; *Thin-layer chromatography* (TLC) *aluminum plate* (20 x 20cm x 250 μm), akuades, dan iodine diperoleh dari laboratorium Teknologi Biokimia ITS; *silica gel* 70-230 mesh dibeli dari Merck. Karakteristik dari silica gel adalah sebagai berikut : ukuran partikel 60-200 μm , pori-pori 60 \AA , pH 7, kandungan air 6%, dan luas permukaan spesifik 500 m^2/g . Komponen standar meliputi *squalene* dan TG diperoleh dari Laboratorium Teknologi Biokimia ITS.

2.2 Prosedur Penelitian

2.2.1 Ekstraksi fraksi lemak non-polar (*Non Polar Lipid fraction*, NPLF) dari *Crude oil*.

Metode ini dilakukan sebagai alternatif metode saponifikasi. Metode ini telah dilakukan pada penelitian sebelumnya yaitu metode ekstraksi pelarut multi stage 8 kali seperti yang telah dijelaskan pada skripsi Della et al pada tahun 2013 [3].

2.2.2 Pemisahan dan Pemurnian *Squalene* Menggunakan *Stirred batch-wise*.

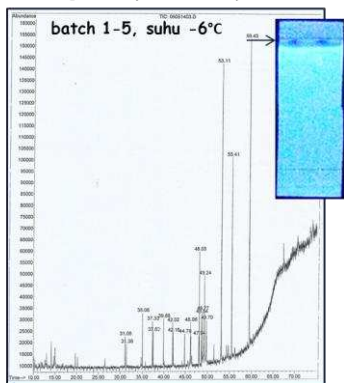
Metode *stirred batch-wise* menggunakan prinsip adsorpsi-desorpsi. Pemisahan dilakukan pada suhu -6°C seperti yang dijelaskan pada skripsi Teguh et al pada tahun 2014 [4].

2.3 Identifikasi Produk

Kandungan *squalene* dianalisa menggunakan TLC *plate* (20 x 20cm x 250 μm). Analisa menggunakan analisa GC-MS, dengan GC Agilent 6890N dengan autosampler. Kolom kapiler, HP5 5% fenilmetilsiloksan panjang 30 m x 320 μm i.d., dengan ketebalan lapisan fase diam 0,25 μm , detektor menggunakan MS, Agilent 6971 inert mass selective detector (Agilent Tech. Palo Alto, California, USA). Suhu injector diatur pada suhu 250°C . Suhu dinaikkan $2^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ hingga suhu 100°C lalu dinaikkan $5^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ hingga suhu 290°C , dijaga pada suhu 290°C selama 10 menit. Gas yang digunakan adalah Helium, Alphagaz. Transfer line dengan suhu 280°C , MS Quadropole 150°C , MS Source 230°C . Volume injeksi sebanyak 1 μl , menggunakan model inlet split 1:10 dengan laju alir gas dalam kolom sebesar 1,3 ml/menit.

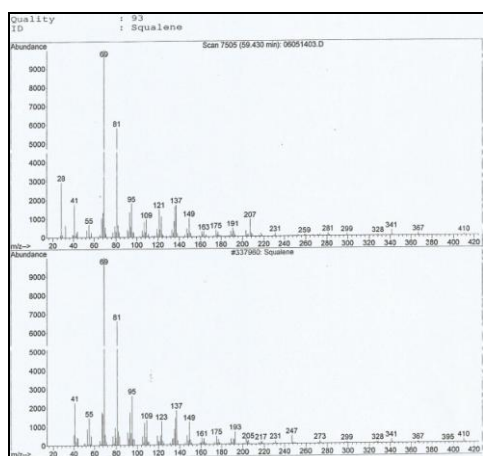
III. URAIAN PENELITIAN

Kandungan Sampel Fraksi Squalene



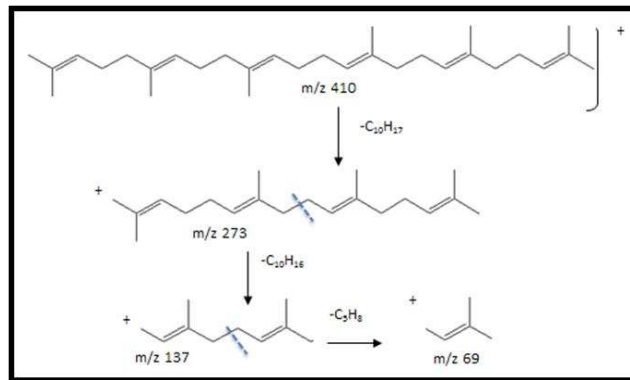
Gambar 1. Hasil analisa GC-MS fraksi *squalene*

Gambar 1 merupakan hasil analisa sampel fraksi *squalene* menggunakan GC-MS. Dari hasil analisa GC-MS diketahui bahwa *squalene* yang terkandung dalam NPLF telah terisolasi semua (recovery 100%). Fraksi *squalene* didapatkan pada *Retention Time* 59,43 menit dengan % of *total area* sebesar 21,796%. Melalui perhitungan didapatkan kadar *squalene* sebesar 1,71%.



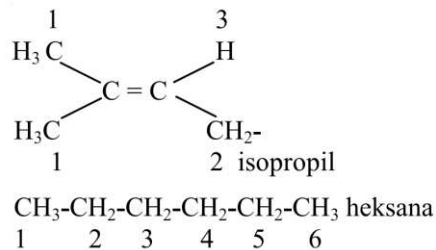
Gambar 2. Spektra MS sampel mengandung *squalene* dan *Squalene standard*

Dari gambar spektra MS di atas, ion molekul (M^+) 410 berasal dari $C_{30}H_{50}^+$. Fragmen dengan m/z 395 berasal dari lepasnya CH_3 . Base peak (puncak dasar) terdapat pada m/z 69 yang berasal dari $C_5H_9^+$ yang merupakan suatu bentuk isopren yaitu unit penyusun senyawa terpen. Fragmen dengan m/z 273 berasal dari lepasnya $C_{10}H_{17}$ dari ion molekul. Fragmen m/z 273 terpecah menjadi fragmen dengan nilai m/z 137 yang berasal dari lepasnya $C_{10}H_{16}$. Fragmen m/z 55 berasal dari lepasnya CH_2 dari fragmen dengan m/z 69. Mekanisme fragmentasi *squalene* diilustrasikan pada Gambar 3 berikut :



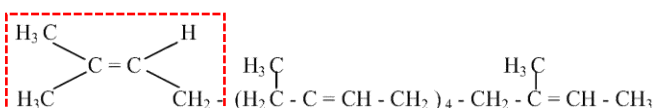
Gambar 3 Mekanisme fragmentasi *Squalene*

Dari Gambar 2, fragmentasi isolat (*squalene* sampel) sama dengan standar yang ada diinstrumen (*Library*) sehingga dapat disimpulkan komponen isolat sama dengan *squalene standard*. Berdasarkan referensi identifikasi dengan resonansi magnetik inti (RMI) yang telah dilakukan oleh Aniek tahun 2005, perbedaan m/z pada fragmentasi isolat merupakan hasil pergeseran kimia atom H yang berasal dari heksana [5]. Gambaran umum ikatan tersebut diilustrasikan seperti gambar 4 :



Gambar 4. Struktur hasil interpretasi pergeseran kimia pada isoprena penyusun *squalene*

Dari gambar tersebut terlihat masih ada heksana sebagai bahan untuk ekstraksi *squalene* dari kolom pada waktu pemurnian isolat, sehingga perlu diuapkan lagi. Fragmentasi tertinggi adalah $m/z = 69$ yaitu satu unit isoprena (C_5H_9) dimana molekul *squalene* terdiri dari 6 unit isoprena.



Gambar 5. Struktur *Squalene* yang terdiri dari 6 molekul isoprena

Gambar 5 merupakan Struktur *Squalene* yang terdiri dari 6 molekul isoprena. Tanda merah merupakan unit isoprenil penyusun *squalene*.

IV. KESIMPULAN

Dari hasil identifikasi yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa komponen *squalene* dapat teridentifikasi, *squalene* isolat sama dengan *squalene standard*. *Squalene* isolat ter-recovery 100% dengan kadar 1,71 %.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Moreda, W., Perez-Camino, M.C., dan Cert, A. 2001. *Gas and Liquid Chromatography of Hydrocarbons in Edible Vegetable Oils*. J. Chromatogr. A 936 : 159-171.
 [2] A.C. Dweck and T. Meadows, T., "Tamanu," *International Journal of Cosmetic Science*, No. 24 (2002) 1-8.

- [3] Della. Desy. Gunawan, Setiyo. 2013. *Isolasi Senyawa Non Polar Dari Minyak Nyamplung (Calophyllum inophyllum)*. Skripsi Program Sarjana Teknik Kimia ITS : Surabaya.
- [4] Teguh. Anggi. Gunawan, Setiyo. 2014. *Pemisahan dan Pemurnian Squalene dari Minyak Nyamplung (Calophyllum inophyllum)*. Skripsi Program Sarjana Teknik Kimia ITS : Surabaya.
- [5] Setiya Budiatin, Aniek. 2005. *Eluidasi Struktur Isolat Squalena dari Ikan Hiu Cucut Botol (Centrophorus sp)*. Berk. Penel. Hayati : 11 (67-72).