

**PENGGUNAAN ADSORBEN TEPUNG SAGU DAN TEPUNG KANJI  
 PADA PEMISAHAN ISOLAT KURKUMINOID DARI  
 AKAR KUNIR (*Curcuma longa* L.)**



**OLEH**  
**BERTHA MANGALLO**  
 89 03 037

PEMILITAN	
Tgl. Pengantar	18-02-96
No. Pengantar	7. Mipm
Tempat	1. lab
Uraian	Indias
No. Inventaris	96-02-02-015
No. Kas	



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
 UNIVERSITAS HASANUDDIN**

1995

S K R I P S I

OLEH

BERTHA MANGALLO

B9 03 037



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS HASANUDDIN

1995

PENGGUNAAN ADSORBEN TEPUNG SAGU DAN TEPUNG KANJI  
PADA PEMISAHAN ISOLAT KURKUMINOID DARI  
AKAR KUNIR (*Curcuma longa L.*)

OLEH  
BERTHA MANGALLO

89 03 037

Untuk melengkapi tugas-tugas dan memenuhi  
syarat-syarat untuk mencapai gelar Sarjana


FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1995

PENGGUNAAN ADSORBEN TEPUNG SAGU DAN TEPUNG KANJI  
PADA PEMISAHAN ISOLAT KURKUMINOID DARI  
AKAR KUNIR (*Curcuma longa L.*)

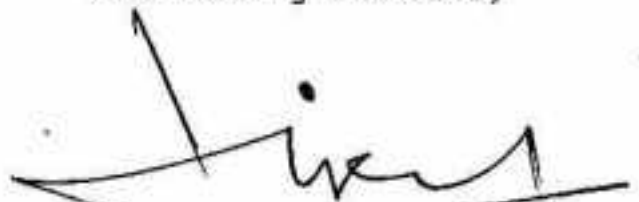
Disetujui oleh :

Pembimbing Utama,



Dr. M. Noor Jalaluddin  
NIP : 130 675 574

Pembimbing Pertama,



Drs. Firdaus Zenta, MS  
NIP : 131 802 889

Pada tanggal,      September 1995

## UCAPAN TERIMA KASIH

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Kuasa yang telah melimpahkan karunia dan lindungan-Nya sejak awal studi hingga penyelesaian tugas akhir di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Sejak penelusuran pustaka (akhir 1994), selama pelaksanaan penelitian hingga selesainya penyusunan laporan hasil penelitian (September 1995), penulis banyak mendapat petunjuk, bimbingan dan dorongan moril dari Bapak Dr. M. Noor Jalaluddin sebagai pembimbing utama dan Bapak Drs. Firdaus Zenta, MS sebagai pembimbing pertama. Untuk itu penulis mengucapkan banyak terima kasih.

Ucapan terima kasih juga ingin penulis berikan kepada :

1. Bapak Ketua Jurusan Kimia Dr. Ambo Upe Tajang beserta staf dosen yang telah memberikan dorongan moril dalam menyelesaikan penelitian.
2. Kepala Laboratorium Kimia Organik Drs. Beddu Jawahir, MSi. beserta staf yang telah memberikan fasilitas yang ada selama penelitian.
3. Bapak Prof. Dr. Ir. Tjodi Harlim (Ketua), Dra. H. Rohani Bahar (sekretaris), Drs. Rudi Arifin, MSc. dan Ir. Mulyono Hadisuwoyo, MS sebagai Tim Penguji Sarjana

penulis di Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Hasanuddin.

4. Teristimewa kepada kedua orang tua tercinta, suami dan anakku Inggyrd Christianita tersayang serta saudara-saudaraku tercinta yang telah dengan penuh pengertian memberikan bantuan, doa dan dorongan yang tak ternilai.
5. Rekan-rekan mahasiswa se-Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Hasanuddin, atas kebersamaannya selama ini.

Semua yang telah penulis terima sungguh tak terbalas hanya dengan ucapan terima kasih semoga Tuhan berkenan membalas dengan melimpahkan rahmat dan karunia-Nya kepada mereka. Amin.

Akhir kata, terlepas dari kekurangan yang ada semoga skripsi ini dapat bermanfaat. Terima kasih.

Ujung Pandang, September 1995

P e n u l i s

## ABSTRAK

Telah dilakukan isolasi dan analisis terhadap kandungan utama kunir (*Curcuma longa L.*) dengan menggunakan adsorben tepung sagu dan tepung kanji.

Kandungan kurkuminoid dalam bubuk kunir diekstraksi dengan pelarut benzena, dengan metode soxhletasi. Pemisahan senyawa-senyawa kurkuminoid dilakukan dengan metode kromatografi kolom dengan menggunakan adsorben tepung sagu dan tepung kanji dan benzena sebagai eluen. Eluat yang diperoleh ditampung pada pial-pial, dan setiap pial ditentukan panjang gelombang maksimumnya dengan spektrofotometer Ultra Violet-Visible. Pial-pial yang memiliki panjang gelombang yang sama dikumpulkan sebagai satu fraksi, kemudian dirotavapour dan dikristalisasi dengan pelarut metanol.

Berdasarkan hasil analisis dengan spektrofotometer Ultra Violet-Visible dan penentuan suhu lebur yang diperoleh serta perbandingan data fisis, dapat disimpulkan bahwa tepung sagu dan tepung kanji dapat digunakan sebagai adsorben dalam isolasi senyawa-senyawa kurkuminoid, dan tepung kanji memberikan pemisahan yang lebih baik dalam mengisolasi senyawa-senyawa kurkuminoid tersebut dibandingkan dengan adsorben tepung sagu.

## ABSTRACT

Isolation and analysis primary content of turmeric (*Curcuma longa L.*) by using tapioca and sago powder as adsorbent agents has been carried out.

Curcuminoid component in powdered turmeric is extracted with benzene through the soxhletation methode. Purification of curcuminoid compounds done by means of column chromatography using tapioca and sago powder adsorbent in benzene eluent. Maximum wavelength of eluat collected in pial bottles determined by using UV-Vis spektrophotometer. The same pials from the same wavelength collected in one fraction, then rotavapourized and crystallized in methanol.

Analysis result from UV-Vis spektrophotometer data, melting point and physical data reference shows that powdered sago and tapioca can be used as adsorbent in curcuminoid compounds isolation. It was also found that tapioca powder be able to separated curcuminoid compounds than sago powder in isolation process.





## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	iv
UCAPAN TERIMA KASIH .....	v
ABSTRAK .....	vii
ABSTRAC .....	viii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xi
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii
DAFTAR SINGKATAN DAN SIMBOL .....	xiv
BAB I. PENDAHULUAN .....	1
A. Latar Belakang .....	1
B. Maksud .....	2
C. Tujuan .....	2
D. Manfaat Penelitian .....	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA .....	4
A. Kandungan Kimia Kunir .....	4
B. Metode Isolasi Kurkuminoid .....	6
C. P a t i .....	8
D. Analisis Kromatografi Lapisan Tipis (KLT) .....	10
E. Kromatografi Kolom .....	14
F. Spektrofotometer UV - Vis .....	19

BAB III. ALAT, BAHAN DAN METODE PENELITIAN .....	25
A. Alat-alat Yang Digunakan .....	25
B. Bahan-bahan Yang Digunakan .....	26
C. Metode Penelitian .....	27
1. Penyiapan Adsorben .....	27
2. Penyiapan Ekstrak Kunir .....	27
3. Analisis Secara Kromatografi ....	28
4. Analisis Spetrofotometer UV-Vis .	31
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....	32
A. Penyiapan Ekstrak Kunir .....	32
B. Analisis Kromatografi .....	32
C. Analisis Spektrofotometer UV-Vis ...	34
D. Penentuan Suhu Lebur .....	36
BAB V. KESIMPULAN .....	38
DAFTAR PUSTAKA .....	39
LAMPIRAN	

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Data Fisis Senyawa-senyawa Kurkuminoid	5
Tabel 2. Urutan Kenaikan Kekuatan Elusi Pelarut Murni dan Campuran Pelarut .....	19
Tabel 3. Kromatogram KLT Hasil Isolasi .....	33
Tabel 4. Hasil Analisis Panjang Gelombang Maksimum Kurkuminoid yang Menggunakan Tepung Kanji Sebagai Adsorben .....	35
Tabel 5. Hasil Analisis Panjang Gelombang Maksimum Kurkuminoid yang Menggunakan Tepung Sagu Sebagai Adsorben .....	35
Tabel 6. Hasil Analisis Penentuan Suhu Lebur Fraksi Pertama dan Fraksi Kedua .....	36

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar I. Kromatogram Kurkuminoid yang Di hasilkan Srinivasan .....	7
Gambar II. Amilosa dan Amilopektin, Poli- sakarida dari Pati .....	9
Gambar III. Kromatogram Lapisan Tipis .....	12
Gambar IV. Bentuk-bentuk Noda pada KLT ...	13

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Skema Kerja .....	41
Lampiran 2. Tabel Komposisi Amilosa Beberapa Jenis Pati .....	42
Lampiran 3. Tabel Panjang Ikatan dan Berat Molekul Amilosa dalam Beberapa Jenis Pati	43
Lampiran 4. Kromatogram KLT Hasil Isolasi .....	44
Lampiran 5. Spektra Panjang Gelombang Maksimum Senyawa-senyawa Kurkuminoid yang Menggunakan Adsorben Tepung Kanji....	45
Lampiran 6. Spektra Panjang Gelombang Maksimum Senyawa-senyawa Kurkuminoid yang Menggunakan Adsorben Tepung Sagu.....	46
Lampiran 7. Spektra Panjang Gelombang Maksimum Kurkumin Standar .....	47
Lampiran 8. Gambar Instrumentasi Spektrofotometer UV-Vis Tipikal .....	48

## DAFTAR SINGKATAN DAN SIMBOL

KLT	: Kromatografi lapisan tipis
$R_f$	: Rate of flow
maks	: Panjang gelombang maksimum
$c$	: Kecepatan cahaya ( $= 3 \times 10^{10}$ cm/detik)
$E$	: Energi foton
$h$	: Tetapan Planck
$\nu$	: Frekuensi radiasi
m.p	: Melting point



## BAB I

### PENDAHULUAN

#### A. Latar Belakang

Pewarna makanan yang didapatkan dari bahan alam umumnya merupakan zat yang dengan pengaruh udara dan air mudah terurai menjadi bahan-bahan yang tidak berbahaya bagi kesehatan manusia. Oleh karena itu zat pewarna makanan dari bahan alam lebih disukai. Salah satu dari jenis pewarna tersebut adalah kurkuminoid. Kurkuminoid terdapat di dalam akar *Curcuma longa L.* yang dapat diperoleh dengan teknik isolasi.

Dalam usaha mengisolasi kurkuminoid dari akar *Curcuma longa L.* diperlukan adsorban. Adsorban dapat berupa senyawa-senyawa anorganik seperti kalsium karbonat, silika gel, magnesium karbonat dan juga senyawa-senyawa organik seperti tepung. Oleh karena itu penelitian ini bertujuan untuk mencari kemungkinan pemanfaatan tepung sagu dan tepung kanji sebagai adsorban dalam mengisolasi kurkuminoid dari akar *Curcuma longa L.*

Dari hasil penelitian yang dilakukan oleh K.R. Srinivasan menyatakan bahwa adsorban yang paling baik di dalam mengisolasi kurkuminoid dari akar *Curcuma longa L.* adalah silika gel yang mengandung air 50%, sedangkan tepung (*starch*) tidak memberikan hasil yang

memuaskan. Akan tetapi dari data-data yang diperoleh K.R. Srinivasan sendiri memberikan dukungan bahwa interaksi antara adsorban dengan senyawa-senyawa kurkumionid yang terdapat di dalam akar *Curcuma longa L.* adalah berdasarkan ikatan hidrogen<sup>12)</sup>. Oleh karena di dalam tepung sagu dan tepung kanji terdapat gugus-gugus hidrosil yang dapat membentuk ikatan-ikatan hidrogen dengan senyawa-senyawa lain<sup>10)</sup>, dengan demikian tepung sagu dan tepung kanji diharapkan dapat digunakan sebagai adsorban di dalam mengisolasi kurkuminoid dari akar *Curcuma longa L.*

Sulawesi Selatan khususnya kabupaten Luwu merupakan penghasil sagu, yang sampai saat ini penggunaannya hanya terbatas pada makanan pokok tambahan. Oleh karena itu perlu dicari alternatif lain penggunaan tepung sagu tersebut.

#### B. Maksud

Mempelajari pemanfaatan tepung sagu dan tepung kanji sebagai adsorben di dalam mengisolasi kurkuminoid dari akar *Curcuma longa L.*



### C. Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Menggunakan tepung sagu dan tepung kanji sebagai adsorben dalam mengisolasi kurkuminoid dari akar *Curcuma longa L.*
2. Membandingkan kemampuan tepung sagu dan tepung kanji sebagai adsorben dalam mengisolasi kurkuminoid dari akar *Curcuma longa L.*

### D. Manfaat Penelitian

Penelitian ini bermanfaat terhadap pengembangan ilmu dan pencarian alternatif lain pemanfaatan tepung sagu dan tepung kanji. Dengan demikian dapat memberikan nilai tambah terhadap tepung sagu dan tepung kanji.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### A. Kandungan Kimia Kunir

Kunir (*Curcuma longa L.*) merupakan tanaman temu-temuan yang banyak digunakan di Indonesia baik sebagai rempah, pewarna makanan, kosmetika maupun sebagai obat tradisional<sup>11)</sup>. Kunir mengandung minyak atsiri sekitar 1,3% - 5,5% (minimum 2,5%), 60% dari minyak atsiri ini berupa keton sesquiterpen, yaitu turmeron, ar-turmeron dan kira-kira 25% zingiberena (Hegnauer, 1963)<sup>13)</sup>. Kurkuminoid yang dikenal sebagai zat warna kuning, merupakan kandungan utama kunir yang terdiri dari kurkumin, demetoksikurkumin dan bisdemetoksikurkumin (Tonnesen, H. H. dan Karlsen J., 1983)<sup>15)</sup>. Menurut Ciamin dan Silber, rumus molekul kurkumin adalah  $C_{21}H_{20}O_6$  atau  $C_{19}H_{14}O_4(OCH_3)_2$  dan Lampe menyebutnya sebagai senyawa diferuloyl-metana (Srinivasan, 1953 ; Wichtl, 1984). Adapun sifat-sifat fisis kurkumin tidak larut dalam eter dan air, larut dalam alkohol dan asam asetat glasial, berbentuk kristal bubuk berwarna kuning-orange dan mempunyai titik leleh  $182^\circ - 183^\circ C$ . Tabel di bawah ini adalah data fisis senyawa-senyawa kurkuminoid hasil penelitian Srinivasan<sup>12)</sup>.

Tabel 1. Data Fisis Senyawa-senyawa Kurkuminoid

Senyawa Dalam Nomor Fraksi	Titik Leleh (°C)	(Pelarut Benzena) $\lambda_{maks}$ (nm)
$f_1$	182	420,0
$f_2$	168	415,0
$f_3$	224	410,0

dimana :

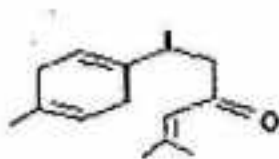
$f_1$  : Kurkumin

$f_2$  : Demetoksikurkumin

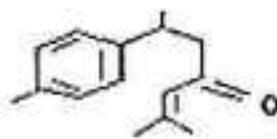
$f_3$  : Bisdemetoksikurkumin

Rumus bangun senyawa-senyawa tersebut dapat dilihat pada halaman 7 - 8.

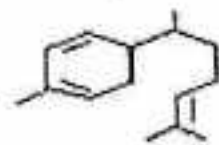
Rumus bangun turmeron, ar-turmeron dan zingiberena adalah sebagai berikut :



turmeron



ar-turmeron



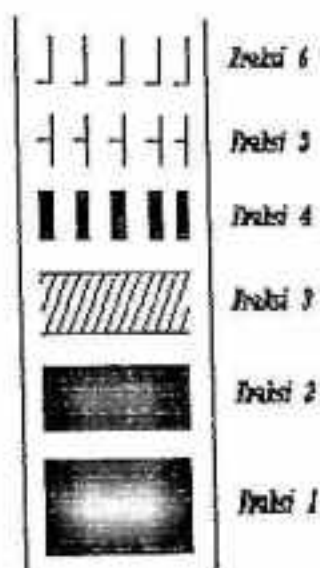
zingiberena

Selain ketiga komponen yang disebutkan di atas, kunir juga mengandung protein, lemak, mineral, tanin dan damar (The Wealth of India, 1950; Prana, 1981).

## B. Metode Isolasi Kurkuminoid

Telah banyak peneliti yang mencoba mengisolasi Kurkuminoid dari akar tumbuhan kunir (*Curcuma longa* L.) dengan berbagai cara. Daube mengekstraksi kurkumin dari akar tumbuhan kunir (*Curcuma longa* L.) dengan menggunakan benzena sebagai pengekstrak dan memperoleh kurkumin kasar yang kemudian dimurnikan dengan garam-garam tembaga. Pengekstrak yang sama juga telah disarankan oleh Perkin dan Everest, sebagai salah satu pengekstrak yang cocok untuk mengisolasi kurkumin dari tumbuhan jenis *Curcuma*<sup>9)</sup>. Srinivasan juga telah mengisolasi kurkuminoid dari akar tumbuhan kunir (*Curcuma longa* L.) dengan menggunakan dua pengekstrak. Pengekstrak pertama adalah petroleum eter, dimaksudkan untuk melarutkan minyak atsiri, lemak, damar dan komponen-komponen lain yang larut dalam petroleum eter. Pengekstrak kedua adalah benzena, untuk menginteraksi kurkuminoid<sup>12)</sup>. Cara isolasi yang disebutkan terakhir ini yang digunakan dalam penelitian ini. Skema cara kerjanya dapat dilihat pada lampiran 1.

Untuk memisahkan senyawa-senyawa kurkuminoid tersebut, Srinivasan menggunakan metode kromatografi kolom sebagai alternatifnya. Kromatogram yang diperoleh oleh Srinivasan digambarkan sebagai berikut:

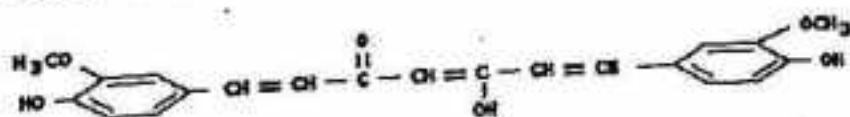


Gambar 1. Kromatogram kurkuminoid yang dihasilkan Srinivasan

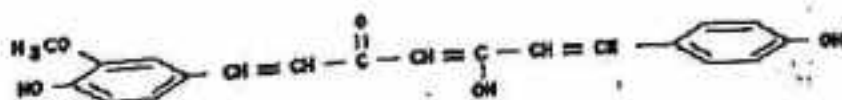
Apabila komponen fraksi 3, 5, 6 dipanaskan dalam media benzena, komponen ini akan terurai menjadi komponen fraksi 2 dan 4 dan komponen lain yang tidak larut dalam benzena. Fraksi-fraksi tersebut kemudian dimurnikan dengan cara kristalisasi dan rekristalisasi berulang-ulang dengan metanol<sup>12)</sup>.

Penentuan struktur oleh K.R. Srinivasan menghasilkan data sebagai berikut :

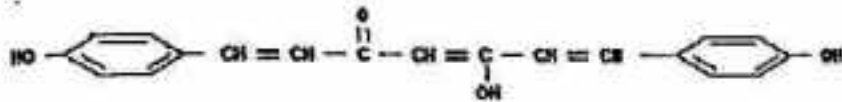
Struktur fraksi 1 : diferuloil metana



Struktur fraksi 2 : p-hidroksi-sinnamoil-feruloil-metana



Struktur fraksi 4 : p-p'-dihidroksi-disinnamoil- metana

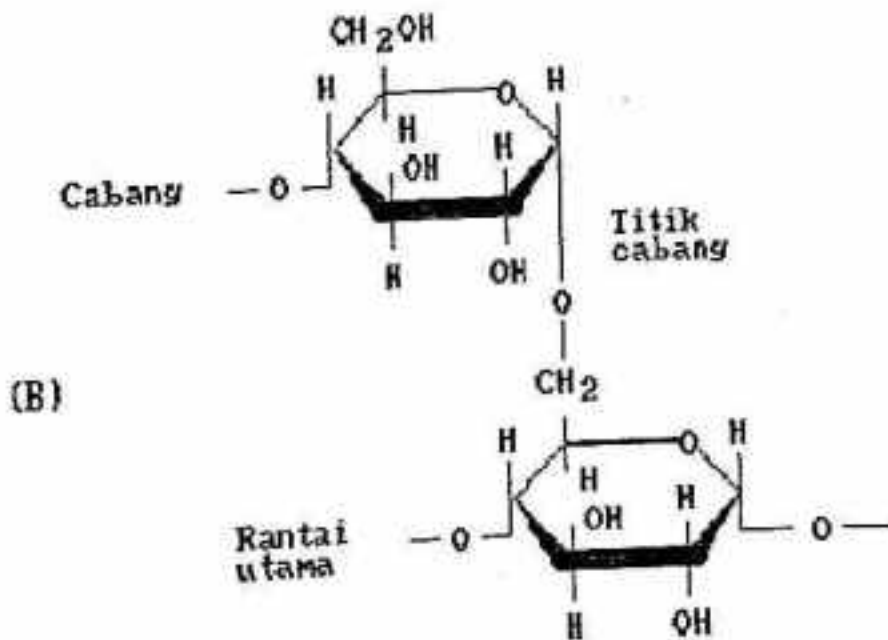
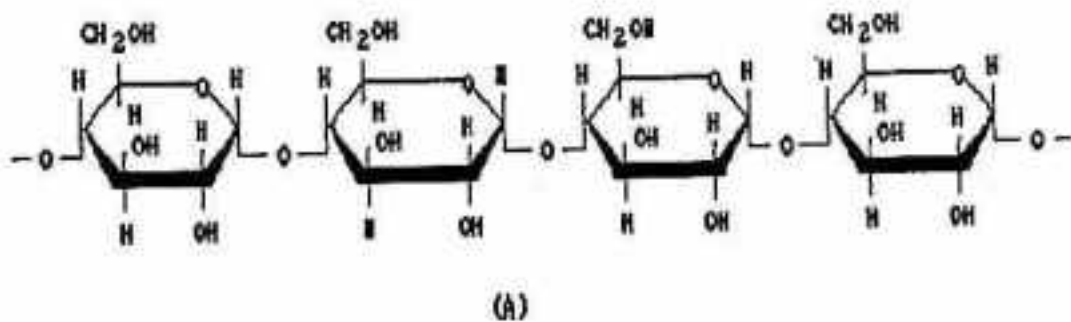


### C. Pati

Pati merupakan sumber kalori yang sangat penting, karena sebagian karbohidrat dalam makanan terdapat dalam bentuk ini. Pemanfaatan pati yang telah diolah tersebar dalam industri makanan, farmasi, tekstil, kertas, minyak dan gas, industri kertas serta industri-industri lain.<sup>2)</sup> Pati terutama terdapat dalam jumlah tinggi pada golongan umbi, seperti ubi kayu, ubi jalar, ketela pohon, kentang dan pada biji-bijian, seperti padi, jagung dan gandum<sup>14)</sup>.

Pati mengandung dua polimer glukosa, yaitu  $\alpha$ -amilase dan amilopektin.  $\alpha$ -amilase terdiri dari rantai unit-unit D-glukosa yang panjang dan tidak bercabang, digabungkan oleh ikatan  $\alpha(1-4)$ . Rantai ini beragam dalam berat molekulnya, tergantung dari tumbuhan asalnya. Amilopektin juga memiliki berat molekul yang tinggi, tetapi strukturnya bercabang. Ikatan glikosida yang menggabungkan residu glukosa yang berdekatan di dalam rantai amilopektin adalah ikatan  $\alpha(1-4)$ , tetapi titik percabangan amilopektin merupakan

ikatan  $\alpha(1-6)^{6,15}$ . Di dalam molekul amilopektin, umumnya percabangan terjadi pada setiap 25 - 30 satuan glukosa<sup>14</sup>). Rasio antara amilosa dan amilopektin berbeda untuk setiap jenis pati, pada umumnya tergantung dari jenis tumbuhan asalnya (Lampiran 2).<sup>10</sup>)



Gambar II. Amilosa dan amilopektin, polisakarida dari pati.  
 (a) amilosa, suatu polimer linier dari unit-unit D-glukosa dalam ikatan  $\alpha(1-4)$   
 (b) percabangan pada amilopektin

#### D. Analisis Kromatografi Lapisan Tipis (KLT)

Kromatografi adalah suatu proses pemisahan yang berdasarkan atas perbedaan afinitas antara tiap-tiap komponen campuran terhadap fase diam dan fase gerak sehingga komponen-komponen tersebut bergerak dengan kecepatan yang berbeda selama elusi. Dengan demikian komponen-komponen tersebut pada akhirnya terpisah antara satu dengan yang lainnya.

Kromatografi Lapisan Tipis adalah aplikasi khusus dari kromatografi adsorpsi dimana lapisan adsorben yang tipis dilekatkan pada suatu lapisan datar tipis, yang pada umumnya adalah lempengan kaca. Elusi kromatogram dilakukan oleh gerakan kapiler pelarut yang merambat dalam lempengan tipis adsorben tersebut. Proses elusi dapat menggunakan sistem pelarut tunggal. Jika tidak ada pelarut tunggal yang memberikan kromatogram yang memuaskan maka digunakan sistem campuran pelarut.<sup>4)</sup>

Penampakan noda pada kromatogram untuk menentukan letak masing-masing komponen dalam campuran yang dipisahkan tergantung pada jenis molekul yang ada dalam campuran itu. Untuk melihat dan menentukan berapa noda yang diperoleh dari hasil kromatogram, dapat dilakukan cara sebagai berikut<sup>5)</sup>:





- a. Pengamatan langsung secara visual jika semua molekul berwarna.
- b. Pemakaian sinar ultra violet pada lapisan yang mengandung pospor.
- c. Menyemprot lapisan dengan pereaksi penampak noda, kemudian dipanaskan pada suhu  $100 - 110^{\circ}\text{C}$  selama beberapa menit.
- d. Penampakan dengan iodium dilakukan dengan meletakkan kromatogram yang telah dikeringkan di dalam bagian yang berisi kristal iodium. Setelah bejana ditutup, uap iodium akan terserap perlahan-lahan oleh bercak pada lapisan yang mengandung senyawa organik, dan bercak akan tampak sebagai daerah coklat pada latar belakang putih. Cara ini memerlukan waktu 5 - 10 menit.

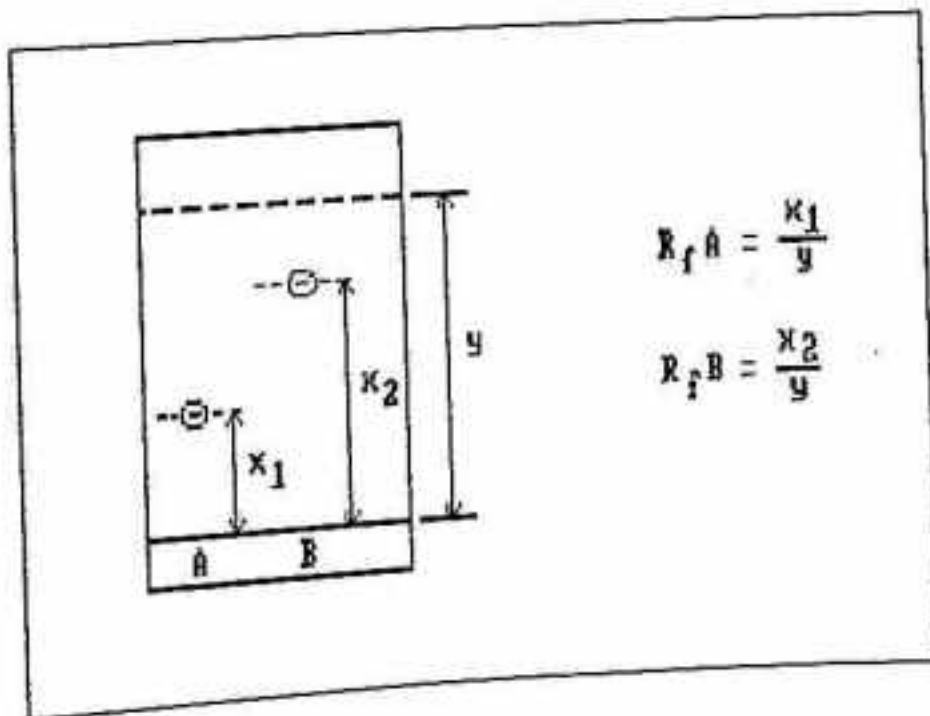
Pemakaian lebih daripada satu zat penampak noda mungkin diperlukan untuk mendeteksi semua senyawa yang ada dalam suatu campuran. Ini dapat dilakukan sekaligus pada satu kromatogram atau pada kromatogram yang berbeda jika satu indikator dapat mengganggu uji berikutnya.

Satu keuntungan kromatografi lapisan tipis adalah waktunya relatif singkat untuk setiap analisis. Kegunaannya untuk memantau jalannya reaksi, mendeteksi senyawa intermediet dalam reaksi, menganalisis hasil

reaksi mentah atau campuran yang tidak diketahui, menentukan jumlah komponen, dan menguji efesiensi proses pemurnian sebagai persiapan untuk menggunakan kromatografi kolom.

Jika kondisi plat homogen, maka senyawa yang sama akan bergerak dengan kecepatan relatif yang sama atau berada pada jarak yang sama terhadap permukaan pelarut. Dengan demikian posisi noda suatu senyawa dapat dicocokkan dengan posisi noda pembanding. Perpindahan relatif itu dinyatakan sebagai :

$$R_f = \frac{\text{jarak yang ditempuh noda dari titik penotolan}}{\text{jarak yang ditempuh pelarut dari titik penotolan}} = \frac{x}{y}$$

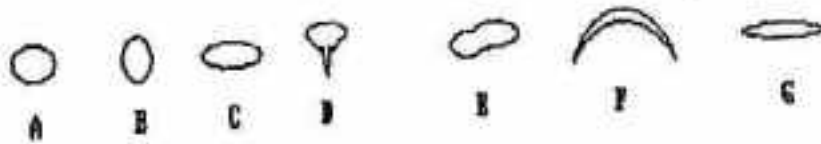


Gambar III. Kromatogram Lapisan Tipis

Beberapa faktor yang mempengaruhi harga  $R_f$  yaitu :

- Ukuran partikel
- Derajat keaktifan lapisan penyerap
- Kejenuhan ruang elusi

Nilai  $R_f$  ini dapat memberikan informasi yang berguna dalam pemeriksaan suatu senyawa. Selain nilai  $R_f$ , bentuk dan warna noda dapat pula memberikan informasi tentang keadaan pemisahan yang dilaksanakan. Pada umumnya ada 7 tipe bentuk noda seperti dalam gambar berikut :



Gambar IV. Bentuk-bentuk noda pada KLT<sup>7)</sup>

Keterangan :

- Ideal
- Kecepatan elusi tinggi
- Kecepatan elusi rendah
- contoh terlalu banyak (pekat)  
- lapisan fase diam terlalu tebal  
- senyawa mengalami hidrolisis atau reaksi lain
- lapisan fase diam tidak homogen → aliran eluen tidak teratur
- eluen belum menguap sempurna (pada waktu penotolan)
- eluen tidak cocok (terlalu kuat).

## E. Kromatografi Kolom

Seperti halnya Kromatografi Lapisan Tipis, kromatografi kolom adalah suatu bentuk kromatografi serapan. Kromatografi kolom juga disebut kromatografi elusi (*elution chromatography*) oleh karena senyawa-senyawa telah terpisah dielusikan dari kolom. Prinsip kromatografi kolom sama dengan prinsip dalam Kromatografi Lapisan Tipis, yaitu senyawa-senyawa dalam campuran terpisahkan oleh karena partisi antara suatu padatan penyerap (adsorben) sebagai fase diam dan suatu pelarut sebagai suatu fase gerak yang mengalir melewati adsorben. Semakin kuat terserapnya suatu senyawa pada fase diam dan semakin menurunnya kelarutan senyawa tersebut dalam fase gerak, maka semakin lambat senyawa tersebut bermigrasi sepanjang fase diam dengan arah yang searah dengan aliran pelarut.<sup>17)</sup>

Dalam kromatografi kolom, adsorben dikemas dalam kolom gelas dan pelarut mengalir melewati partikel-partikel adsorben. Adsorben dapat dimasukkan ke dalam tabung baik dengan cara basah maupun dengan cara kering. Pada umumnya, cara basah lebih mudah dan lebih sering dipakai untuk silika gel, sedangkan cara kering lebih baik untuk alumina. Pada cara kering, glass wool diletakkan di dalam kolom dan selapis pasir kuarsa

diletakkan di atasnya, adsorben dituangkan ke dalam kolom sedikit demi sedikit. Setelah setiap penambahan, permukaan diratakan dan dimampatkan memakai alat pemampat. Setelah semua adsorben dimasukkan, di atasnya diletakkan kertas saring dan selapis pasir kuarsa. Kemudian pelarut pengelusi dibiarkan mengalir ke bawah melalui adsorben dengan kran terbuka sampai permukaan pelarut tepat di bagian atas adsorben. Pada cara basah, glass wool dimasukkan ke dalam kolom dan selapis pasir kuarsa dan kertas saring diletakkan di atasnya, kemudian tabung diisi sepertiganya dengan pelarut. Adsorben dibuat bubur dengan pelarut yang akan digunakan dan bubur ini dituangkan ke dalam pelarut di dalam kolom. Selama proses pengendapan, kolom dapat diketuk-ketuk dengan sumbat karet pada semua sisinya secara perlahan-lahan agar diperoleh bagian yang seragam.

Senyawa yang akan dipisahkan dilarutkan dengan cairan pengelusi, kemudian dimasukkan ke dalam kolom dan dibiarkan mengalir ke dalam adsorben. Kecepatan mengalir zat dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu daya serap adsorben, sifat pelarut dan suhu dari sistem kromatografi. Komponen-komponen akan diserap oleh adsorben secara sempurna, dengan mengalirkan cairan pengelusi lebih lanjut maka masing-masing

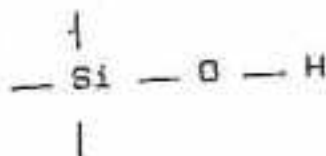
komponen akan turun dengan kecepatan tertentu sehingga terjadi pemisahan kolom. Pemisahan komponen terjadi karena perbedaan koefisien distribusinya. Komponen-komponen yang telah terpisah dapat dikumpulkan dalam bentuk fraksi-fraksi. Oleh karena kolom gelas dapat menampung lebih banyak adsorben, maka dibanding dengan kromatografi lapisan tipis, kromatografi kolom dapat digunakan untuk memisahkan materi dalam jumlah yang lebih banyak, biasanya dalam skala gram.<sup>5)</sup>

Beberapa kolom mempunyai pelat kaca yang berlubang-lubang kecil atau berpori-pori pada dasarnya, yang mana berfungsi untuk menahan adsorben dalam kolom. Perbandingan panjang kolom dan diameter kolom paling sedikit 10 : 1.

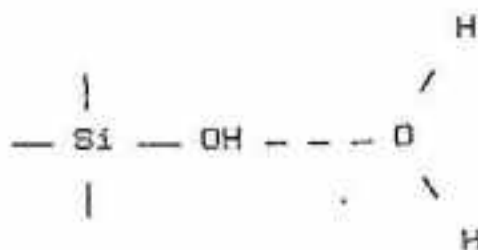
Adsorben yang paling umum digunakan untuk kromatografi kolom adalah alumina ( $Al_2O_3$ ) dan silika gel ( $SiO_2$ ). Alumina digunakan untuk pemisahan senyawa organik nonpolar dan semipolar, sedangkan silika gel adalah adsorben yang umum digunakan untuk pemisahan senyawa-senyawa organik polar.

Bagian yang aktif dari silika gel adalah gugus berikut :

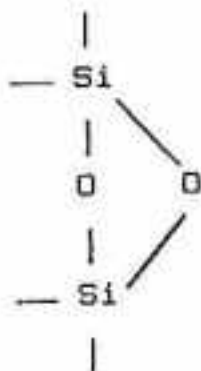
1. Gugus silanol bebas



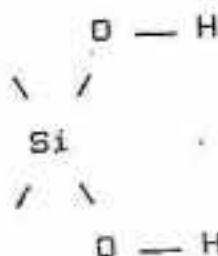
2. Gugus silanol yang mengadsorpsi molekul air



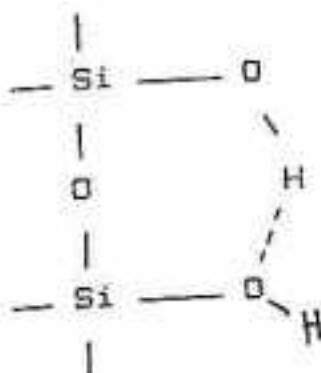
3. Ikatan siloksan



4. Gugus silanol geminal



5. Ikatan hidrogen antar gugus silanol





Jaringan yang dibentuk ikatan/gugus tersebut membentuk rongga dan permukaan berpori dari silika gel. Sifat dari silika gel dinyatakan sebagai : kerapatan paking, luas permukaan spesifik, volume pori spesifik dan jari-jari pori rerata. Dari struktur silika gel dapat diketahui bahwa ia bersifat asam karena dapat bertindak sebagai donor-proton (pH 4 - 5). Karena itu senyawa yang bersifat basa akan teradsorpsi kuat.

Alumina teraktif atau aktivitas I dibuat dengan memanaskan alumina komersial pada 400 - 450 °C. Sedangkan aktivitas dibawahnya dibuat dengan menambahkan sejumlah air dengan perbandingan tertentu. Dari penelitian terbaru diketahui bahwa setiap atom Al dikelilingi enam atom oksigen. Molekul air membentuk ikatan hidrogen dengan sistem tersebut<sup>1)</sup>.

Pelarut pengelusi yang digunakan untuk kromatografi kolom adalah sama dengan yang digunakan untuk kromatografi lapisan tipis. Semakin polar pelarut yang digunakan semakin cepat pula semua komponen-komponen dalam campuran bermigrasi melalui kolom.



Tabel 2. Urutan Kenaikan Kekuatan Elusi Pelarut Murni dan Campuran Pelarut.<sup>17)</sup>

kenaikan kekuatan eluen	n-Heksana
	Sikloheksana
	Toluena
	Diklorometana
	Kloroform
	Sikloheksana - etil asetat (80 : 20)
	Diklorometana - etil eter (80 : 20)
	Diklorometana - etil eter (60 : 40)
	Sikloheksana - etil asetat (20 : 80)
	Etil eter
	Etil eter - metanol (99 : 1)
	Etil asetat
	Tetrahidrofuran
	1-Propanol
	Etanol
Metanol	

#### F. Spektrofotometer Ultra Violet-Visible (UV-Vis)

Jika suatu radiasi elektromagnetik berinteraksi dengan benda atau obyek maka dapat diperoleh suatu hasil pengamatan dalam bentuk spektrum. Spektrum ini

merupakan fungsi antara sifat-sifat radiasi yang dapat diukur (fungsi frekuensi) dengan radiasi. Bentuk spektrum yang biasanya dapat mengidentifikasi secara kualitatif suatu spesies kimia. Besar fungsi frekuensi pada frekuensi tertentu yang dapat menyatakan jumlah kuantitatif spesies kimia yang ada. Hubungan antara energi dan frekuensi dinyatakan dengan persamaan Planck :

$$E = h\nu$$

dimana E adalah energi foton,  $\nu$  adalah frekuensi dan h adalah tetapan Planck ( $6,624 \times 10^{-27}$  erg. detik).

Sebuah foton dari radiasi elektromagnet memiliki energi tertentu dan dapat menyebabkan perpindahan antara tingkat-tingkat energi yang telah terkuantisasi dalam atom molekul dalam spesies lainnya. Dan syarat transisi ini terjadi adalah energi foton harus sama dengan beda tingkat energi yang tersangkut dalam perpindahan tersebut. Pada dasarnya spektrum adalah peta transisi tingkat energi suatu spesies kimia yang erat hubungannya dengan jumlah atom molekul yang mengalami transisi.

Metode kuantisasi suatu analisa yang didasarkan pada serapan radiasi oleh materi memerlukan pengukuran cahaya dan suatu pengertian kuantitatif tentang hukum-

hukum yang mengatur tingkat penyerapan yaitu hukum Lambert-Beer, yang dinyatakan dengan persamaan :

$$\log \frac{P_0}{P} = abc$$

Parameter  $b$  biasanya dinyatakan dalam centimeter dan faktor konsentrasi  $c$  dalam gram/liter larutan, dan  $a$  adalah absorptivity, yaitu suatu tetapan penyerapan zat pada panjang gelombang tertentu yang dinyatakan dalam satuan liter/gram centimeter. Absorptivity maksimum adalah absorbtivity pada panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum (transmitan minimum).

Kadang-kadang dikehendaki untuk menyatakan  $c$  dalam bentuk konsentrasi molar. Dalam hal ini hukum Lambert-Beer dituliskan menjadi :

$$\log \frac{P_0}{P} = \epsilon bc$$

dimana  $\epsilon$  disebut absorptivita molar dengan satuan liter/mol.cm. Kuantitas  $\log P_0/P$  disebut absorbans dan diberi simbol  $A$ . Sedangkan perbandingan  $P_0/P$  disebut transmitans,  $T$ . Karena  $A$  berbanding langsung dengan konsentrasi spesies penyerap, beberapa instrumen untuk pengukuran serapan dikalibrasi untuk membaca langsung dalam satuan absorbans.<sup>3)</sup>

Komponen-komponen penting dalam spektrofotometer adalah :8)

### 1. Sumber cahaya

Komponen ini menghasilkan sumber cahaya yang kontinyu dan meliputi daerah spektrum dimana alat ini bekerja. Kebanyakan sumber cahaya spektrofotometer adalah wolfram (tungsten), deuterium (hidrogen) atau lampu halogen kuarsa. Karena setiap sumber sinar ini mempunyai intensitas radiasi maksimum dalam daerah yang berbeda maka dua lampu secara bersamaan dipasang. Dalam instrumen Shimadzu UV-240 digunakan lampu tungsten untuk daerah tampak dan lampu deuterium untuk daerah lembayung ultra.

### 2. Monokromator

Alat ini dapat mengisolasi suatu berkas sempit dari suatu kisaran panjang gelombang spektrum luas yang didispersikan oleh sumber cahaya. Monokromator yang banyak dipakai sekarang adalah suatu kisi difraksi. Suatu <sup>kisi</sup>akan mendispersikan radiasi elektromagnetik berdasarkan fenomena difraksi.

### 3. Wadah contoh

Kebanyakan spektrofotometer melibatkan larutan dan dengan demikian wadah contoh merupakan sel untuk menempatkan cairan. Sel ini biasanya terbuat

dari kuarsa atau gelas berkadar silikat tinggi dan mempunyai panjang lintasan 1 cm.

#### 4. Detektor

Detektor merupakan suatu instrumen yang mengubah radiasi menjadi isyarat listrik. Detektor yang paling umum digunakan adalah tabung pengganda foton. Prinsip kerja dari tabung pengganda foton ini berdasarkan prinsip efek fotolistrik, menyangkut penyerapan foton suatu materi dan diikuti dengan emisi elektron dari material tersebut. Pengukuran arus yang mengalir dari anoda tersebut menunjukkan jumlah fotoelektron yang dilepaskan dan secara tidak langsung menunjukkan pula jumlah kuat cahaya yang masuk.

#### 5. Amplifier dan pembacaan

Amplifier merupakan rangkaian yang membuat sinyal listrik dapat diamati. Sedangkan pembacaan mencatat besarnya isyarat listrik. Instrumen spektrototometer ultra violet visible dapat dilihat pada lampiran 8.

Kesalahan dalam pengukuran dapat ditimbulkan dari beberapa hal diantaranya adalah kesalahan instrumental.

Kesalahan instrumental ini ditimbulkan dari adanya variasi sumber tegangan, respon detektor,

bising listrik dan pendudukan wadah. Selain itu kebersihan sel dapat menimbulkan kesalahan pengukuran. Sidik jari pada sel dapat menyerap radiasi ultra ungu, serta gelembung udara tidak boleh ada dalam lintasan optik.

Ada beberapa keuntungan penting dalam menggunakan spektrofotometri molekuler lembayung ultra dan tanpak sebagai suatu teknik analitik. Pertama kepekaannya sangat bagus. Kadang-kadang kita dapat menentukan konsentrasi kurang dari  $10^{-7}$  M suatu spesies molekuler. Disamping itu pengerjaannya sangat mudah dan cepat. Metode spektrofotometri memberikan selain data analitik, informasi fundamental tentang struktur molekul dan sifat ikatan kimia.



BAB III

ALAT, BAHAN DAN METODE PENELITIAN

A. Alat-alat Yang Digunakan

- 1. Spektrofotometer UV-Vis
- 2. Rotavapour Buchii RE-11
- 3. Kolom kromatografi Phyrex
- 4. Seperangkat alat sokletasi Duran
- 5. Neraca analitis Mettler AE 100 AINSWORTH
- 6. Pompa sirkulasi air
- 7. Melting point apparatus
- 8. O v e n
- 9. Bejana KLT gelas
- 10. Pelat KLT 2,5 x 7,5 cm  
2 x 18 cm
- 11. Penangas listrik
- 12. Pipa kapiler
- 13. Desikator GLASWERK WERTHEIM
- 14. Termometer 250 °C
- 15. Pelubang HUMBOLDI
- 16. Aluminium foil DIAMOND FOIL
- 17. Gelas ukur 100 mL
- 18. Gelas kimia 250 dan 400 mL
- 19. Erlenmeyer 100 dan 250 mL
- 20. Pipet ukur

- |                     |                |
|---------------------|----------------|
| 21. Pipet tetes     |                |
| 22. Pipa gelas      |                |
| 23. Corong pisah    | 500 mL         |
| 24. Kertas saring   | Whatman No. 41 |
| 25. Selang plastik  |                |
| 26. Pinset          |                |
| 27. Batang pengaduk |                |
| 28. Lumpang         |                |
| 29. Ayakan          | 100 mesh       |
| 30. Kertas tisu     |                |

#### B. Bahan-bahan Yang Digunakan

- |                                    |       |
|------------------------------------|-------|
| 1. Rimpang kunir                   |       |
| 2. Tepung sagu                     |       |
| 3. Tepung kanji                    |       |
| 4. Glass wool                      |       |
| 5. Pasir kuarsa                    |       |
| 6. Benzena p.a                     | Merck |
| 7. Petroleum eter p.a (40 - 60 °C) | Merck |
| 8. Kloroform p.a                   | Merck |
| 9. Heksana p.a                     | Merck |
| 10. Etil asetat p.a                | Merck |
| 11. Aseton p.a                     | Merck |
| 12. Dietil eter p.a                | Merck |
| 13. Metanol p.a                    | Merck |



- |                 |       |
|-----------------|-------|
| 14. Etanol p.a  | Merck |
| 15. Toluena p.a | Merck |

### C. Metode Penelitian

#### 1. Penyiapan adsorben

Tepung sâgu/tepung kanji dikeringkan selama seminggu di bawah sinar matahari, kemudian diayak dengan ayakan berukuran 100 mesh. Hasil ayakan disoklet dengan pelarut benzena. Timbang 50 gram masing-masing tepung tersebut untuk pembuatan bubur.

#### 2. Penyiapan ekstrak kunir

Sebanyak 25 gram serbuk kunir kering digerus sampai berukuran < 100 mesh, kemudian diekstraksi dengan 100 mL petroleum eter (b.p 40 - 60 °C) sebanyak tiga kali selama 30 menit untuk melarutkan minyak atsiri, lemak, damar dan komponen-komponen lain yang larut dalam petroleum eter. Residu yang kering disoklet dengan 200 mL pelarut benzena selama 48 jam. Ekstrak yang diperoleh dibiarkan bermalam dan disaring hingga bebas dari material tidak larut. Filtrat yang diperoleh dievaporasi hingga volumenya menjadi 2 mL.

### 3. Analisis secara kromatografi

#### 3.1 Kromatografi Lapisan Tipis

Analisis secara Kromatografi Lapisan Tipis dimaksudkan untuk mendeteksi keberadaan dan kemurnian suatu senyawa. Ada beberapa tahap pengerjaan dengan KLT, yaitu :

- a. pembuatan lapisan tipis
- b. penotolan sampel
- c. pengembangan pelat
- d. penampakan noda
- e. pencatatan hasil (kromatogram)

Lapisan tipis tepung sagu/tepung kanji dibuat di atas pelat kaca ( $2,5 \times 7,5$  cm dan  $2 \times 18$  cm) yang bersih kering dan bebas lemak. Untuk membuat 12 buah ( $2,5 \times 7$  cm) pelat kaca KLT dibutuhkan sebanyak 10 gram tepung sagu/tepung kanji yang dicampur dengan 2 gram kalsium sulfat anhidrat dan 30 mL benzena sambil diaduk hingga menjadi bubur yang homogen. Pelat KLT dibuat dengan cara mence-  
lupakan dua buah pelat kaca yang didempetkan ke dalam bubur tepung sagu/tepung kanji, diangkat dan dibersihkan tepinya kemudian keduanya dipisahkan lalu dikeringkan dalam lemari asam selama 20 - 30 menit. Sebelum digunakan, pelat harus diaktifkan dengan pemanasan pada suhu  $50^{\circ}\text{C}$  selama 60 menit dan didinginkan dalam desikator.

Ekstrak kunir yang akan diperiksa dilarutkan dalam pelarut benzena, kemudian ditotolkan pada permukaan lapisan. Terlebih dahulu permukaan lapisan diberi tanda tempat penotolan.

Bejana pengembang harus dijenuhkan dengan uap cairan pengembang dengan cara memasukkan kertas saring ke dalam bejana yang telah diisi dengan cairan pengembang, ditutup rapat dan didiamkan beberapa saat ( $\pm 10$  menit). Eluen dalam pemeriksaan KLT pada penelitian ini menggunakan sistem pelarut tunggal dan campuran pelarut.

Pelat yang telah ditotoli ditempatkan dalam bejana pengembang yang berisi cairan pengembang setinggi beberapa milimeter (usahakan agar permukaan pelarut tidak menyentuh tempat penotolan pada pelat). Bejana ditutup dan cairan pengembang dibiarkan merambat naik hingga mencapai jarak yang diinginkan. Kemudian pelat dikeluarkan dari bejana, batas akhir permukaan pelarut diberi tanda, dan pelat dikeringkan.

Penampakan noda dilakukan dengan menggunakan sinar lampu UV. Letak dan bentuk noda digambar untuk kemudian ditentukan nilai  $R_f$ -nya.

### 3.2 Kromatografi kolom .

Kromatografi kolom dimaksudkan untuk memisahkan senyawa-senyawa kurkuminoid. Untuk memisahkan 2 mL ekstrak kunir (yang diperoleh dari 25 gram serbuk kunir) dibutuhkan absorben tepung sagu/tepung kanji sebanyak 50 gram. Tahapan pengerjaan analisis kromatografi kolom dilakukan sebagai berikut :

#### - Persiapan kolom

Kolom yang digunakan berdiameter 2 cm dengan panjang 30 cm. kolom diisi dengan pelarut kira-kira sepertiga volume kolom, selanjutnya dimasukkan glass wool dan ditekan dengan batang pengaduk hingga tidak ada gelembung udara. Di atasnya dilapisi pasir kuarsa dan kertas saring. Fase diam dimasukkan dengan cara basah setinggi 25 cm, kemudian pada permukaan fase diam ditutupi lagi dengan kertas saring. Selanjutnya isolat dimasukkan perlahan-lahan diseputar dinding kolom.

#### - Mengelusi

Kolom dielusi dengan eluen benzena.

#### - Analisis eluat

Eluat ditampung pada pial-pial kira-kira 20 mL secara bergantian.

#### 4. Analisis spektrofotometer ultra violet visible

Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk menentukan panjang gelombang maksimum tiap-tiap pial, yang diukur pada panjang gelombang 250 - 500 nm. Pial-pial yang memiliki panjang gelombang maksimum yang sama dikumpulkan sebagai satu fraksi. Fraksi-fraksi tersebut kemudian dirotavapour untuk selanjutnya dikristalisasi dan rekristalisasi dengan metanol. Kristal yang diperoleh ditentukan suhu leburnya.

## BAB IV.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### A. Penyiapan Ekstrak Kunir

Metode ekstraksi yang digunakan dalam penelitian ini ada dua, yaitu ekstraksi dingin dan ekstraksi panas sinambung dengan menggunakan alat soxhlet.

Contoh bubuk kunir, pertama dengan diekstraksi dengan petroleum eter (b.p. 40 - 60°C) dalam alat corong pemisah sebanyak tiga kali selama 30 menit, kedua diekstraksi dengan pelarut benzena dalam alat soxhlet dengan kecepatan ekstraksi sekitar 15 - 20 menit tiap siklus. Setelah semua kurkuminoid diekstraksi keluar, ekstrak dibiarkan bermalam dan disaring dari material tidak larut kemudian dirotavapor hingga volumenya menjadi 2 mL.

#### B. Analisis Kromatografi

##### 1. Analisis Kromatografi Lapisan Tipis (KLT)

Analisis Kromatografi Lapisan Tipis dilakukan untuk menentukan jenis eluen yang cocok untuk memisahkan senyawa-senyawa kurkuminoid yang ada dalam ekstrak kunir dengan menggunakan tepung sagu dan tepung kanji sebagai adsorben. Dari hasil

analisis dengan kromatografi lapisan tipis diperoleh bahwa eluen yang cocok untuk memisahkan senyawa-senyawa kurkuminoid yang ada dalam ekstrak kunir adalah eluen benzena. Hasil kromatogram yang diperoleh adalah sebagai berikut :

Tabel 3. Kromatogram KLT Hasil Isolasi

N o d a	R <sub>f</sub>	
	Tepung Kanji	Tepung Sagu
1	0,968	0,975
2	0,437	0,812
3	0,006	0,006

Gambar kromatogramnya dapat dilihat pada lampiran 4

## 2. Analisis Kromatografi Kolom

Untuk keperluan pemurnian ekstrak kunir, pemurnian selanjutnya dilakukan dengan kromatografi kolom dengan menggunakan adsorben tepung sagu dan tepung kanji. Kolom yang telah dikembangkan menunjukkan ada empat pita warna untuk masing-masing kolom, yaitu :



a. Kolom yang menggunakan tepung kanji sebagai adsorben :

- campuran minyak atsiri tidak dikeluarkan dengan sempurna oleh petroleum eter, pertama lewat ke bawah kolom dan dikumpulkan sebagai batas fraksi warna kuning sebanyak 2 mL.
- fraksi warna jingga sebanyak 20 mL.
- fraksi warna orange-kuning sebanyak 60 mL.
- fraksi warna kuning sebanyak 140 mL.

b. Kolom yang menggunakan tepung sagu sebagai adsorben :

- campuran minyak atsiri yang tidak dikeluarkan dengan sempurna oleh petroleum eter, pertama lewat ke bawah kolom dan dikumpulkan sebagai batas fraksi warna kuning sebanyak 2,3 mL.
- fraksi warna jingga 20 mL.
- fraksi warna orange-kuning sebanyak 40 mL.
- fraksi warna kuning sebanyak 100 mL.

Pemantauan senyawa yang diinginkan dilakukan dengan menganalisis satu per satu eluat yang telah dikumpulkan dalam pial-pial dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 250 - 500 nm.

### C. Analisis Spektrofotometer Ultra Violet-Visible (UV-Vis)

Analisis spektrofotometer UV-Vis dilakukan untuk menentukan panjang gelombang maksimum tiap-tiap pial.



Pial yang memiliki panjang gelombang maksimum yang sama dikumpulkan sebagai satu fraksi. Pada analisis ini diperoleh ada tiga fraksi yang memiliki panjang gelombang maksimum yang berbeda, yaitu :

a. Yang menggunakan tepung kanji sebagai adsorben  
(lampiran 5)

Tabel 4. Hasil analisis panjang gelombang maksimum kurkuminoid yang menggunakan tepung kanji sebagai adsorben

No.Fraksi	$\lambda_{maks}$ (nm)
$f_1$	418,0
$f_2$	415,5
$f_3$	410,0

Keterangan :

$f_1$  : fraksi pertama

$f_2$  : fraksi kedua

$f_3$  : fraksi ketiga

b. Yang menggunakan tepung sagu sebagai adsorben  
(lampiran 6)

Tabel 5. Hasil analisis panjang gelombang maksimum kurkuminoid yang menggunakan tepung sagu sebagai adsorben

No.Fraksi	$\lambda_{maks}$ (nm)
$f_1$	417,0
$f_2$	415,0
$f_3$	410,0

Keterangan :

$f_1$  : fraksi pertama

$f_2$  : fraksi kedua

$f_3$  : fraksi ketiga

## Penentuan Suhu Lebur

Pial-pial yang memiliki panjang gelombang maksimum yang sama dikumpulkan sebagai satu fraksi, dirotapour dan dikristalisasi dan rekristalisasi dengan pelarut metanol. Kristal yang diperoleh ditentukan suhu leburnya. Hasil yang diperoleh adalah sebagai berikut :

Tabel 6. Hasil analisis penentuan suhu lebur fraksi pertama dan fraksi kedua

No. Fraksi	Adsorben tepung kanji		Adsorben tepung sagu	
	m.p (°C)	w (mg)	m.p (°C)	w (mg)
f <sub>1</sub>	181-183	99,3	180-182	96,9
f <sub>2</sub>	166-168	14,1	167-170	11,8

Keterangan :

f<sub>1</sub> : fraksi pertama  
f<sub>2</sub> : fraksi kedua

m.p : suhu lebur (°C)  
w : berat (milli gram)

Dengan membandingkan data-data yang diperoleh dalam penelitian ini dengan data-data dalam literatur (tabel 1 dan lampiran 7), dapat disimpulkan bahwa :

- Fraksi pertama adalah kurkumin.
- Fraksi kedua adalah demetoksikurkumin.
- Fraksi ketiga adalah bisdemetoksikurkumin.

Dari hasil penelitian ini dapat pula disimpulkan bahwa adsorben tepung kanji memberikan pemisahan yang lebih baik daripada adsorben tepung sagu didalam memisahkan senyawa-senyawa kurkuminoid yang ada didalam ekstrak kunir.



Sebab walaupun komposisi amilosa dalam tepung sagu lebih banyak daripada yang terdapat dalam tepung kanji, yaitu tepung sagu 27% sedangkan tepung kanji 7% (lampiran 2), tetapi berat molekul amilosa dalam tepung kanji mempunyai berat molekul yang lebih besar dibandingkan dengan berat molekul amilosa dalam tepung sagu (lampiran 3). Demikian juga panjang ikatan amilosa dalam tepung kanji lebih panjang daripada panjang ikatan amilosa dalam tepung sagu, (lampiran 3).

Karena tepung kanji memiliki berat molekul amilosa yang lebih besar dan panjang ikatan amilosa yang lebih panjang daripada yang terdapat dalam tepung sagu, maka tepung kanji memiliki lebih banyak gugus-gugus  $-OH$  yang bebas yang dapat berikatan hidrogen dengan senyawa-senyawa kurkuminoid. Dengan demikian adsorben tepung kanji memberikan pemisahan yang lebih baik daripada adsorben tepung sagu.

Ditinjau dari segi kuantitas, prosentase amilosa tepung sagu lebih banyak daripada tepung kanji (lampiran 2). Tetapi apabila ditinjau dari segi kualitas, tepung kanji memiliki berat molekul amilosa yang lebih besar dan panjang ikatan amilosa yang lebih panjang daripada tepung sagu (lampiran 3). Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa pengaruh kualitas lebih berpengaruh daripada pengaruh kuantitas.

BAB V  
KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dan hasil-hasil yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa :

1. Tepung kanji dan tepung sagu dapat digunakan sebagai adsorben dalam mengisolasi senyawa-senyawa kurkuminoid dari ekstrak kunir.
2. Dalam mengisolasi senyawa-senyawa kurkuminoid, adsorben tepung kanji memberikan pemisahan yang lebih baik daripada adsorben tepung sagu.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Anwar, Chairil; *Kromatografi, Manual Laboratorium*, Yogyakarta, 1989, Hal. 29 - 31.
2. Coulter, T.P., *Food The Chemistry of Its Components*, Ed. ke-2, Hal. 28-34.
3. Ewing, G. W., *Instrumental Methods of Chemical Analysis*, Tokyo : McGraw-Hill Kogakusha. Ltd, 1975, Hal. 34 - 84.
4. Furniss, B. S., *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, Ed. ke-4, London, English Language Book Society/Longman, 1980.
5. Gritter, R. J., *Pengantar Kromatografi*, Ed. ke-2, Bandung, 1991.
6. Lehninger, *Dasar-dasar Biokimia*, Jilid I, Hal. 324 - 326, Diterjemahkan oleh Maggy Thenawijaya.
7. Liem, J. P., *Pengaruh Suhu Terhadap Reaksi Singkat Penyusunan Ulang Fries (Sintesis 4-Propionil Fenol)*, Hal. 18 - 19.
8. Noor, A., A. U. Tanjung, M. Ramang, Asmawati, dan N. La Nafie, *Penuntun Kursus Spektroskopi Analitik*, Ujung Pandang : Lab. K. Analitik Universitas Hasanuddin, 1989, Hal. 41 - 78.
9. Perkins, A. G. dan Everest, A.E. (1918), *The Natural Organic Colouring Matters*. Longmans Green and Co., London, 389.
10. Fla, M. L., Cockburn, J.G., Bird, J., *Thorpe's Dictionary of Applied Chemistry*, Ed. ke-4, Vol. XI, Hal. 66 - 68.
11. Pramono, S., *Standarisasi Kadar Kurkumin dalam Ekstrak Kunyit dengan Aktivitas Anti Ulkus Lambung*, Simposium Penelitian Tumbuhan Obat. VII, Hal. 86 - 87.
12. Srinivasan, K. R., 1953, *A Chromatographic Study of the Curcuminoid in Curcuma longa L.*, J. Phar. Pharmacol, 5, Hal. 448 - 457.

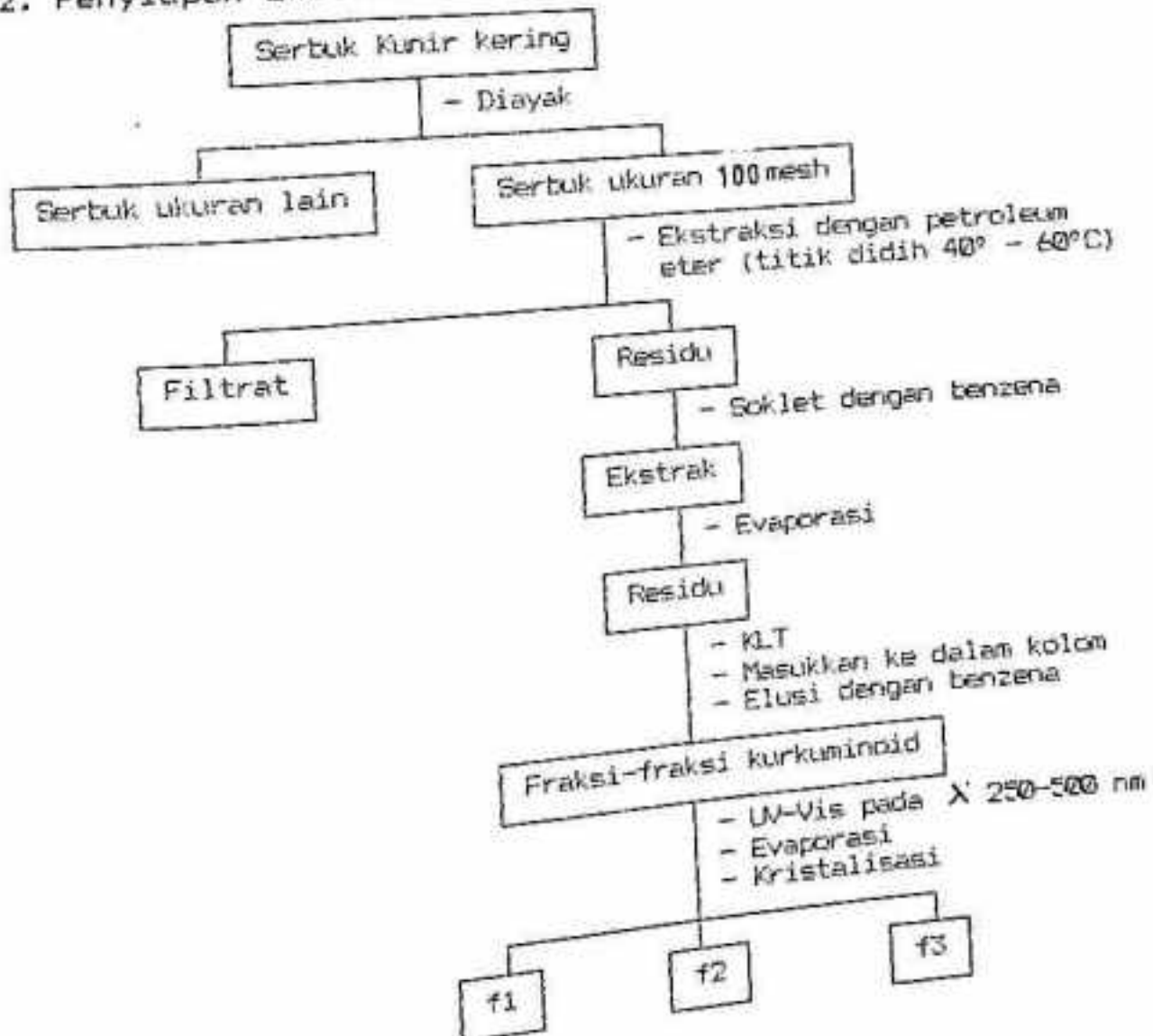
13. Stahl, E., *Analisis Obat secara Kromatografi dan Mikroskopi*.
14. Sultanry, R., Kaseger, B. *Kimia Pangan*, Badan Kerjasama Perguruan Tinggi Negeri Indonesia Bagian Timur, 1985, Hal. 16 - 29.
15. Tonnesen, H.H. dan Karlsen, J., 1983, *High-Performance Liquid Chromatography of Curcumin and Related Compounds*, *J. Chromatography*, 259, Hal 367.
16. West, F.S., Todd, W.R., Mason, H.S., *Textbook of Biochemistry*. Ed. ke-4, 1970, Hal 234 - 238.
17. Windholtz, M. (Ed.), *The Merck Index - An Encyclopedia of Chemicals and Drugs*, Ed. ke-9, Merck and Co., Inc, 1976.
18. Zenta, F., *Aplikasi Kromatografi Sederhana pada Analisis Limbah Industri*, Ujung Pandang, 1993.

## Lampiran 1. Skema Kerja

## 1. Penyiapan Kolom



## 2. Penyiapan Ekstrak Kunir



Lampiran 2. Tabel Komposisi Analisa Beberapa Jenis Pati

Sumber Pati	Amilosa (%)
Jagung	20
Pisang	20,5
Kentang	22
Beras	17
Sagu	27
Ubi Kayu	17
Gandum	24

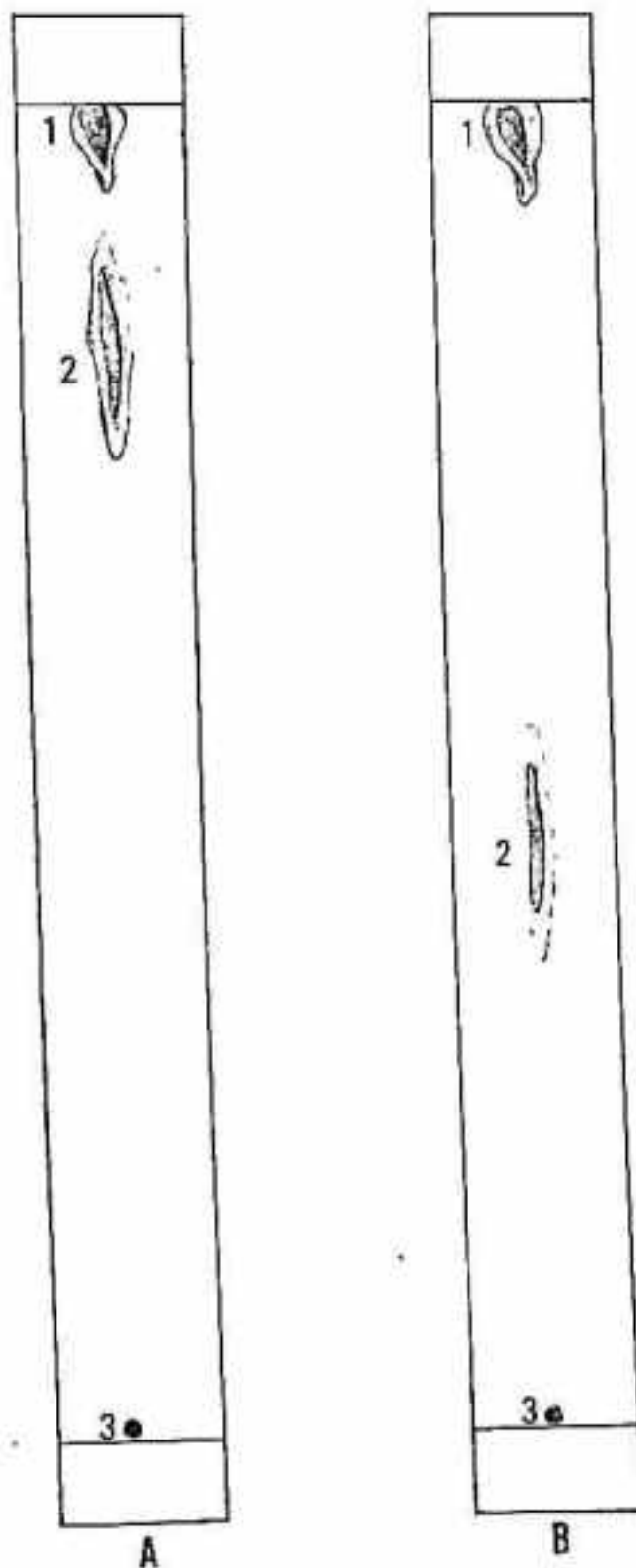
Komposisi Amilopektin (%) =  $100 - \% \text{ Amilosa}$



Lampiran 3. Tabel Panjang Ikatan dan Berat Molekul Amilosa Dalam Beberapa Jenis Pati

Sumber Pati	Unit - unit glukosa	
	Berat Molekul	Panjang Ikatan
Jagung	800	490
Kentang	930	980
Sagu	740	420
Ubi Kayu	1.300	980
Gandum	860	840

Lampiran 4. Kromatogram KLT Hasil Isolasi

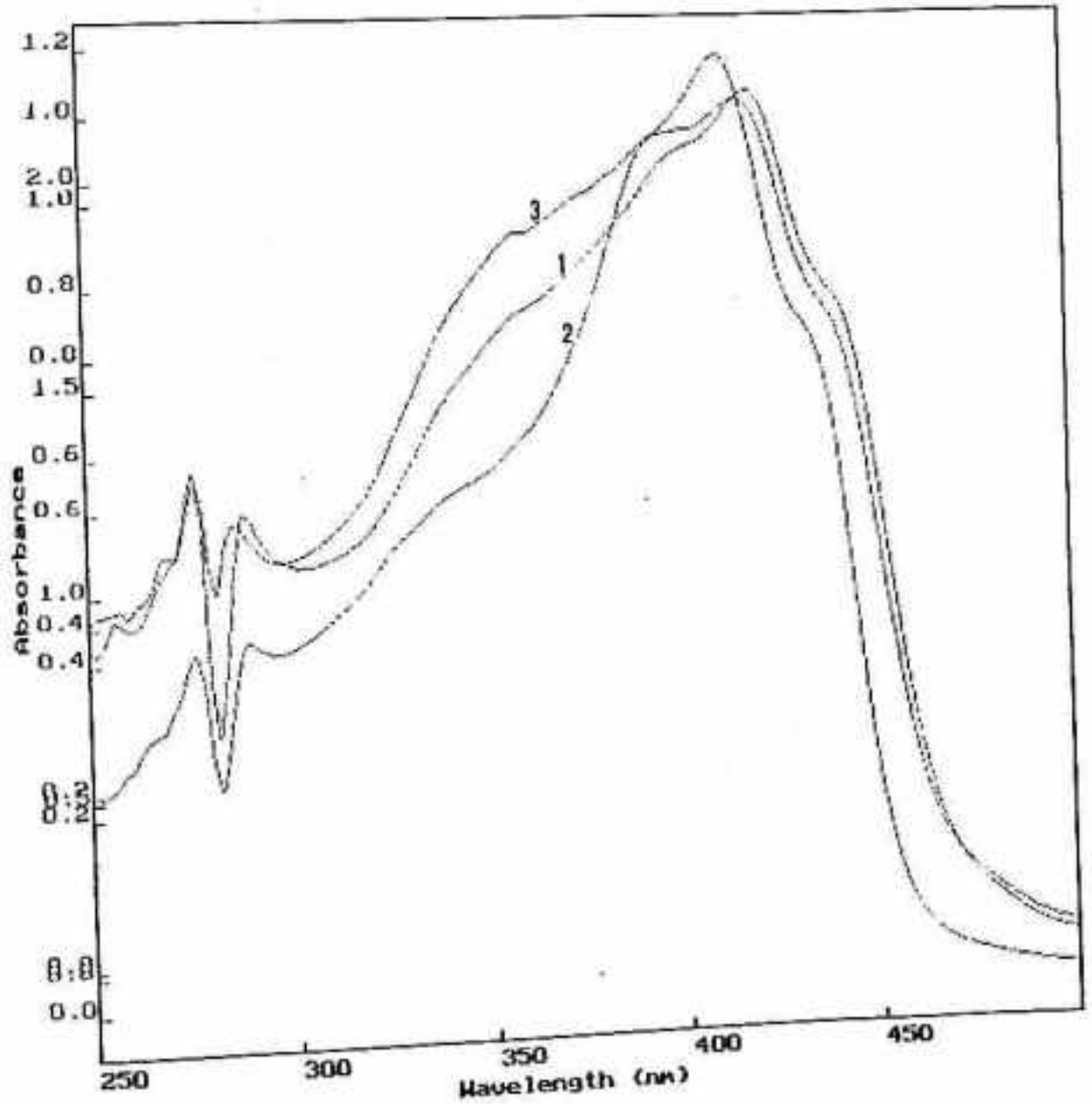


Keterangan :

A : pelat KLT yang menggunakan tepung sagu sebagai adsorben  
B : pelat KLT yang menggunakan tepung kanji sebagai adsorben

Lampiran 5. Spektra Panjang Gelombang Maksimum Senyawa-senyawa Kurkuminoid yang Menggunakan Adsorben Tepung Kanji

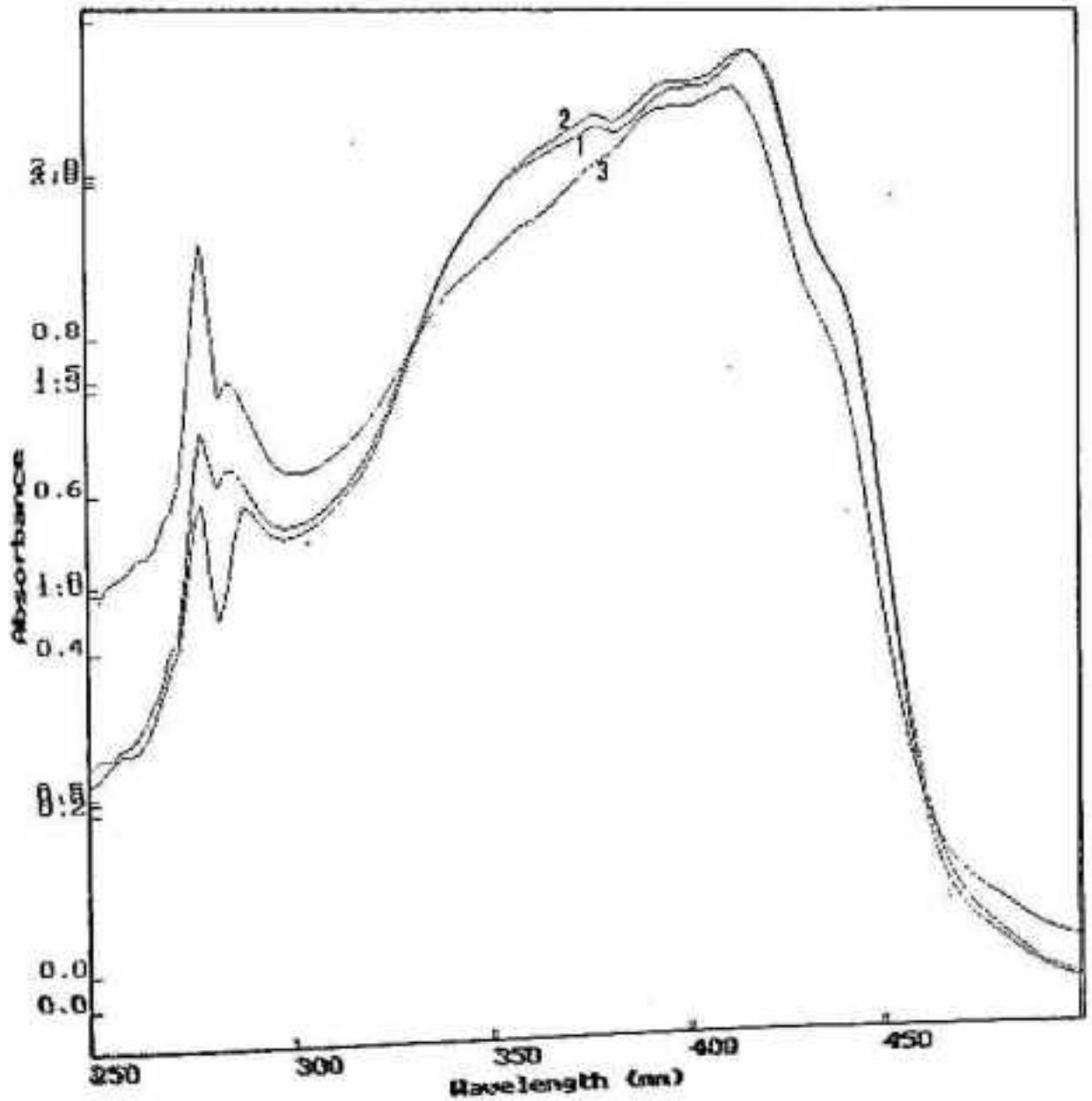
W1=418.0  
W1=415.5  
SP1  
SP1  
1.012  
W3=410.0





Lampiran 6. Spektra Panjang Gelombang Maksimum Senyawa senyawa kurkuminoid yang Menggunakan Adsorben Tepung Sagu

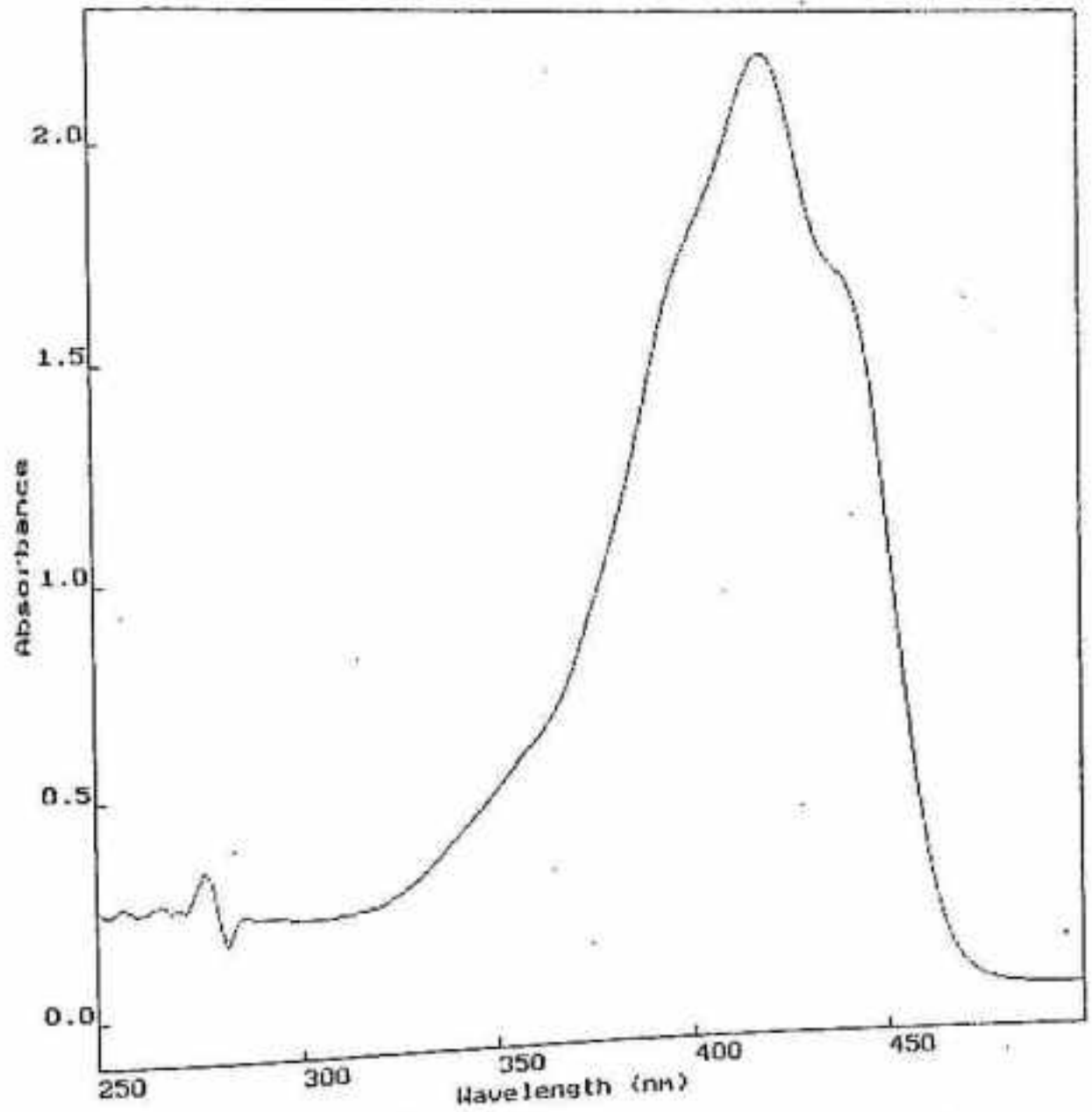
W1=417,0  
 H1=415,0  
 SP1  
 2,007  
 W3=410,0



Lampiran 7. Spektra Panjang Gelombang Maksimum Kurkumin Standar

W1=419.0

SP1  
2.214



Lampiran B. Gambar Instrumentasi Spektrofotometer UV-Vis Typical

