

PERBANDINGAN KUALITAS MINYAK PALA HASIL ISOLASI DARI BAGIAN-BAGIAN BUAH PALA BERDASARKAN KADAR MIRISTISIN COMPARISON OF ESSENTIAL OILS QUALITY FROM PARTS OF NUTMEG BASED ON MYRISTICINE LEVELS

Hery Muhamad Ansory¹, Hardjono Sastrohamidjojo², Bambang Purwono²

¹ Jurusan Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Setia Budi Surakarta

² Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, Indonesia, 55281

ABSTRAK

Telah dilakukan isolasi minyak atsiri dari daging buah, fuli dan biji buah pala dengan menggunakan metode distilasi uap. Analisis kadar senyawa miristisin sebagai indikator dari kualitas minyak pala dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas dan spektrometer massa. Isolasi senyawa miristisin dilakukan dengan metode distilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Analisis kemurnian miristisin dari hasil isolasi dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas. Analisis struktur miristisin hasil isolasi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer infra merah dan ¹H NMR.

Hasil isolasi minyak pala dengan metode distilasi uap dari daging buah pala didapatkan 0,75% dengan kadar miristisin 10,54%, fuli pala didapatkan 4,77% dengan kadar miristisin 38,45% dan biji pala didapatkan 6,62% dengan kadar miristisin 9,24%. Hasil isolasi senyawa miristisin dari minyak pala dengan metode distilasi fraksinasi pengurangan tekanan didapatkan dengan kadar 92,13%.

Kualitas minyak atsiri dari bagian fuli pala memiliki kualitas yang lebih baik dengan kandungan miristisin sebesar 38,45%.

Kata Kunci : Pala, Minyak Atsiri, Miristisin

ABSTRACT

The isolation of essential oils from fruit pulp, mace and nutmeg seed by using steam distillation method had been carried out. Myristicin levels analysis as an indicator of the nutmeg essential oils quality were performed by Gas Chromatography and mass spectrophotometry. Isolation of myristicin from nutmeg essential oil was done by fractional distillation. Myristicin purity analysis were performed by Gas Chromatography. The elucidations of myristicin were performed by FT-IR, and ¹H NMR spectrometer.

Isolation of the essential oil from nutmeg pulp, mace and nutmeg produced 0.75%, 4.77% and 6.62% contained 10.54%, 38.45% and 9.24% of myristicin, respectively. Isolation of myristicin from nutmeg essential oil was done by fractional distillation yielded 7.45% of myristicin.

The essential oils quality from mace has better quality than the other part of nutmeg with 38,45% myristicin levels.

Keyword : Nutmeg, Essential Oils, Myristicin

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara yang terkenal dengan jenis-jenis tumbuhan penghasil minyak atsiri. Minyak atsiri di Indonesia sendiri tidak banyak diolah menjadi bahan jadi seperti bahan pengharum, kosmetik, sabun, pasta gigi dan obat-obatan. Minyak atsiri tersebut kebanyakan diekspor untuk kemudian diolah menjadi bahan jadi dan masuk kembali ke Indonesia dengan harga yang berlipat ganda berupa produk parfum, obat dan lain sebagainya. Salah satu tumbuhan penghasil minyak atsiri yang sangat potensial adalah pala (*Myristica fragrans*).

Pala (*Myristica fragrans*) adalah salah satu tumbuhan penghasil minyak atsiri yang sangat potensial. Indonesia merupakan negara penghasil pala terbesar didunia dengan total produksi 76% dari keseluruhan produksi pala. Sebagian besar hasil produksi pala tersebut diekspor dalam bentuk biji, fuli, dan minyak pala (Sophia, 2010). Seluruh bagian dari buah pala seperti biji, fuli maupun daging buah dapat diolah menjadi minyak pala (Agusta, 2000). Minyak pala sendiri memiliki berbagai kegunaan seperti untuk mengobati rematik, sakit perut, masuk angin, dan insomnia. Kegunaan minyak pala ini tidak terlepas dari kandungan kimia yang terdapat dalam minyak pala yaitu α -pinen (20%), miristisin (6-8%), serta komponen lainnya (Sohilait, 2010).

α -pinen merupakan senyawa yang terdapat dalam beberapa minyak atsiri seperti minyak permen, sereh, terpentin, pala dan lain sebagainya. α -pinen banyak digunakan dalam pembuatan kamfer sintetik dan monoterpen sintetik seperti geraniol (Sastrohamidjojo, 2004).

Miristisin adalah senyawa khas yang terdapat dalam minyak pala dan merupakan penentu kualitas minyak pala yang dapat digunakan sebagai obat bius dan campuran obat-obatan tertentu (Friyadi, 2002).

Miristisin adalah senyawa khas yang terdapat dalam minyak pala dan merupakan penentu kualitas dari minyak pala. Miristisin merupakan senyawa alam yang menarik karena memiliki beberapa gugus fungsional, yaitu alil, fenil, dan eter. Gugus alil yang dimiliki miristisin dapat dikonversi secara kimia menjadi gugus fungsi lain melalui reaksi isomerisasi, oksidasi, adisi dan hidrasi. Miristisin dapat menjadi turunan benzaldehid bahan dasar sintesis dalam pembuatan senyawa turunan khalkon dengan reaksi Claisen-Schmidt (Petrov dkk, 2008).

Penelitian untuk membandingkan kombinasi metode pengeringan buah pala dan cara destilasi untuk memaksimalkan hasil isolasi minyak pala dari daging buah pala dengan berbagai metoda pengeringan telah dilakukan dan hasil terbaik didapatkan dengan menggunakan kombinasi

metoda pengeringan dengan diangin-anginkan, dan destilasi uap dengan hasil minyak pala seberat 1,65 g dari 2 kg basah (0,08 %) dengan kadar miristisin 11,9 % (Sophia, 2010).

Pada penelitian mengenai minyak pala selalu digunakan biji pala sebagai bahan dasar, padahal seluruh bagian dari buah pala memiliki kandungan minyak atsiri, sehingga Pada penelitian ini dilakukan perbandingan dari minyak pala yang dihasilkan dari bagian-bagian buah pala untuk dilihat kandungan miristisin sebagai penentu kualitas dari minyak pala tersebut.

METODE PENELITIAN

Bahan

Buah pala (*Myristica fragans* Houtt) matang dari Cigalontang Tasikmalaya

Instrumentasi

Satu set alat distilasi uap, satu set alat distilasi fraksinasi pengurangan tekanan, kromatografi gas (GC 2010, Shimadzu), spektrofotometer FTIR (IR Prestige-21, Shimadzu), spektrometer resonansi magnetik inti ($^1\text{H-NMR}$, 400 MHz Agilent), spektrometer massa (GC-MS QP-2010 Plus, Shimadzu).

Prosedur eksperimen

Isolasi minyak pala

Buah pala 9 kg segar dipisahkan menjadi daging buah, fuli dan biji pala, kemudian dihaluskan dan dikeringkan. Masing-masing daging buah, biji dan

fuli didistilasi uap selama 14 jam. Minyak dipisahkan dengan corong pisah. Minyak pala yang diperoleh dianalisis dengan GC-MS dengan kondisi operasional.

Suhu	: 70 – 300 °C
Tekanan	: 10 KPa
Column Flow	: 2 mL/min
Detector	: FID
Coulumn	: CBP1
V. Inject	: 0,2 μL

Isolasi Miristisin

200 mL minyak pala didistilasi fraksinasi dengan pengurangan tekanan, fraksi terakhir dianalisis kemurniannya dengan GC dengan kondisi operasional

Suhu	: 70 – 280 °C
Tekanan	: 10 KPa
Column Flow	: 2 mL/min
Detector	: FID
Coulumn	: DB5
V. Inject	: 1 μL

Struktur miristisin dianalisis dengan menggunakan FTIR, dan $^1\text{H NMR}$.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi Minyak Pala

Minyak pala hasil destilasi uap pada ketiga sampel didapatkan memiliki kesamaan yaitu berupa cairan berwarna kuning pucat bening, berbau seperti pala, larut dalam etanol dengan perbandingan 1:3. Tetapi memiliki beberapa perbedaan, seperti terlihat pada Tabel I.

Tabel 1. Perbedaan sifat fisika minyak pala hasil distilasi

Perbedaan	Bagian Buah Pala		
	Biji	Fuli	Daging
BJ (g/mL)	0,87	0,91	0,89
Indeks bias	1,46	1,48	1,46

Kemudian minyak pala hasil distilasi tersebut dianalisis dengan menggunakan GC-MS untuk mengetahui kadar miristisin dan hasil analisis dapat dilihat pada Tabel 2. Hasil identifikasi kandungan miristisin pada minyak pala hasil isolasi pada biji, fuli dan daging buah pala dengan kromatografi gas menunjukkan terdapat banyak sekali senyawa dalam minyak pala, beberapa puncak yang dominan atau memiliki kadar yang cukup tinggi adalah puncak ke-dua dan ke-tiga pada kromatogram GC gambar 1 yaitu α -pinen dengan kadar 24,45% dan β -pinen dengan kadar 28,04%, sedangkan puncak terakhir pada waktu retensi 19.96 menit diduga merupakan senyawa miristisin dengan kadar 9,24%. Berdasarkan spektrum GC dari minyak fuli pala pada Gambar 2, kandungan miristisin pada minyak fuli pala adalah 32,77% pada waktu retensi 20,055 menit. Kandungan miristisin pada minyak daging buah pala menurut kromatogram GC gambar 3 adalah 10,54% pada waktu retensi 19.96 menit.

Tabel 3. Perbandingan minyak pala hasil isolasi dengan syarat mutu minyak pala SNI

Senyawa pada puncak terakhir (miristisin) memiliki berat molekul 192 g/mol. Sesuai dengan spektrum massa dari puncak tersebut yang disajikan pada Gambar 4 dan pola fragmentasi dari spektrum massa di atas dapat dilihat pada Gambar 5. Kandungan miristisin dalam minyak pala hasil isolasi pada setiap bagian dari buah pala disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Kandungan minyak atsiri dan miristisin dalam minyak pala hasil distilasi

Bagian Buah Pala	Kandungan Minyak Atsiri (%)	Kandungan Miristisin (%)
Biji	6,62	9,24
Fuli	4,77	38,45
Daging	0,75	10,54

Berdasarkan data tersebut kandungan miristisin dari minyak fuli pala lebih besar dari minyak biji dan daging buah pala sehingga minyak dari fuli pala memiliki kualitas yang lebih baik.

Kualitas minyak pala berdasarkan persyaratan mutu minyak Standar Nasional Indonesia (SNI) (Panitia Teknis Teknologi Kimia, 2006) dibandingkan dengan minyak pala hasil isolasi untuk mengetahui kualitas dari minyak pala hasil isolasi ditunjukkan pada Tabel 3.

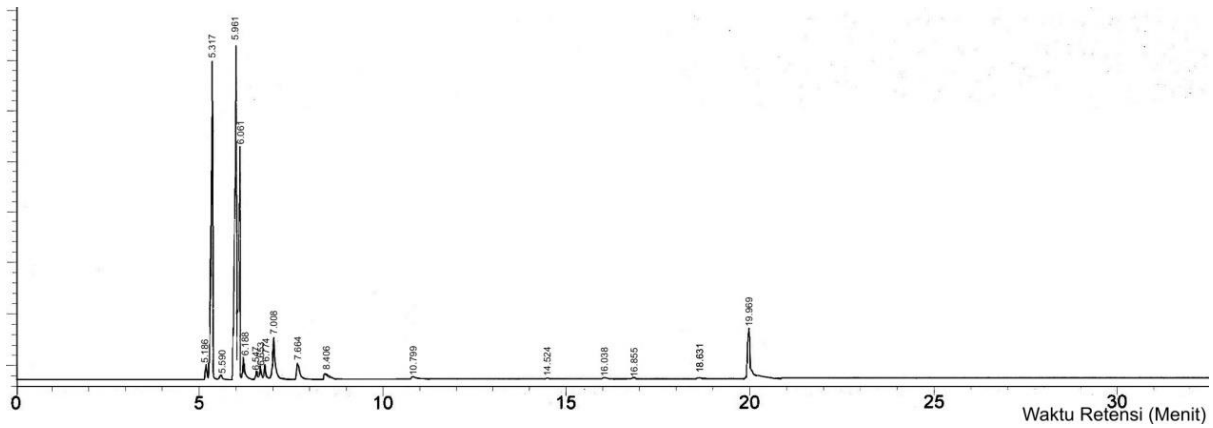
Jenis Uji	Syarat mutu minyak pala	Minyak Pala Hasil Isolasi		
		Biji	Fuli	Daging
warna	Tidak berwarna – kuning pucat	kuning pucat	kuning pucat	kuning pucat
Bau	Khas minyak pala	Khas minyak pala	Khas minyak pala	Khas minyak pala
Berat jenis	0,880 – 0,910	0,87	0,91	0,89
Indeks bias	1,470 – 1,497	1,46	1,48	1,46
Kelarutan dalam etanol	1:3 jernih seterusnya jernih	1:3	1:3	1:3
Kandungan Miristisin	Minimal 10 %	9,24%	38,45%	10,54%

Hasil perbandingan dapat dilihat bahwa kualitas minyak pala hasil isolasi dari biji pala tidak masuk dalam syarat mutu minyak pala SNI dalam hal berat jenis dan kandungan miristisin yang di bawah 10%, sedangkan untuk kualitas minyak pala hasil isolasi dari fuli dan daging buah pala menunjukkan kualitas yang masuk dalam syarat mutu minyak pala SNI.

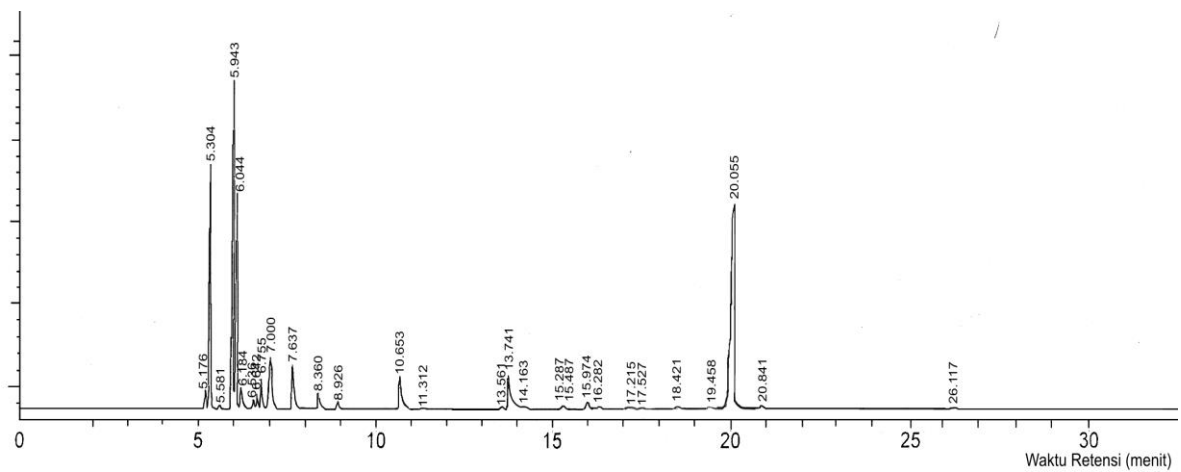
Kandungan miristisin pada minyak pala menjadi faktor utama dalam penentuan kualitas dari minyak pala karena senyawa ini menjadi senyawa khas dari minyak pala yang tidak dapat ditemukan pada minyak atsiri yang lainnya.

Kandungan miristisin pada minyak fuli pala jauh lebih besar dari

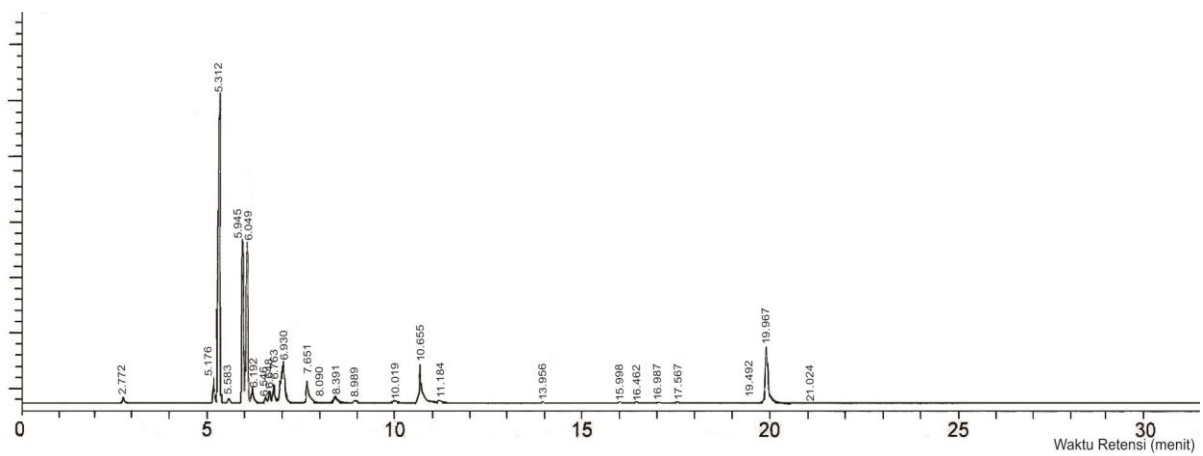
kandungan miristisin pada minyak biji dan daging buah pala, akan tetapi jumlah fuli pala yang sedikit membuat fuli pala menjadi bahan yang kurang menguntungkan untuk dibuat sebagai bahan dasar pembuatan minyak pala pada skala industri, sedangkan minyak daging buah pala memiliki kandungan miristisin yang diatas standar mutu minyak pala dan walaupun jumlah minyak pala yang terdapat dalam daging buah pala yang sedikit, tetapi jumlah daging buah pala jauh lebih besar apabila dibandingkan dengan fuli dan biji pala dalam satu buah pala, sehingga daging buah pala yang biasanya banyak terbuang sebenarnya dapat dimanfaatkan untuk diambil minyak atsirinya.



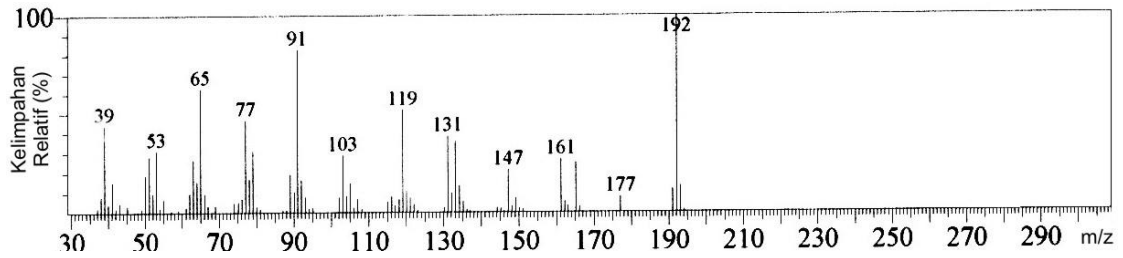
Gambar 1. Kromatogram GC minyak biji pala hasil isolasi



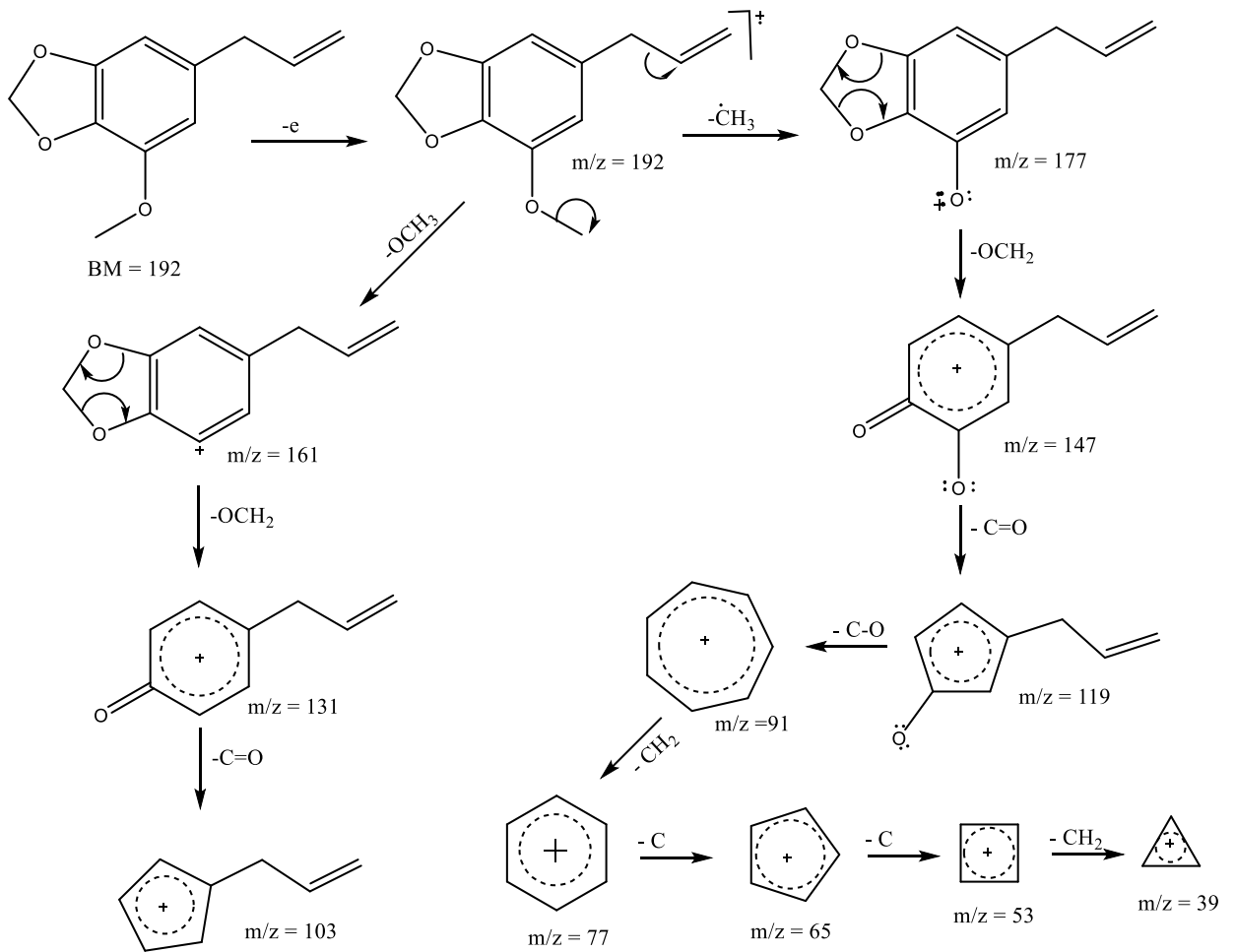
Gambar 2. Kromatogram GC minyak fuli pala hasil isolasi



Gambar 3. Kromatogram GC minyak daging buah pala hasil isolasi



Gambar 4. Spektrum massa miristisin



Gambar 5. Fragmentasi Miristisin (Souhoka, 2009)

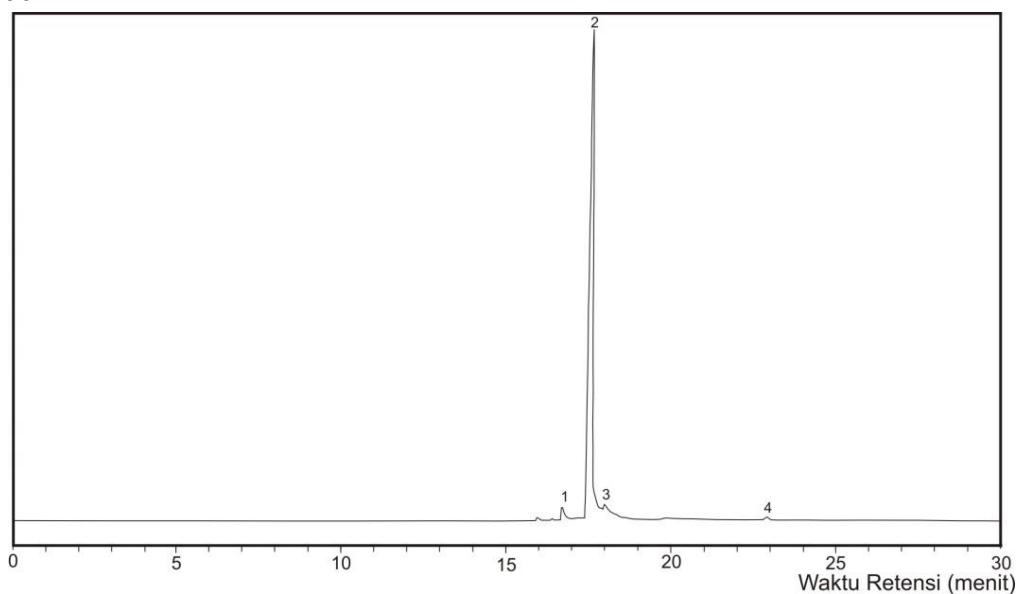
Isolasi Miristisin

Miristisin diisolasi dengan menggunakan metode distilasi fraksinasi pengurangan tekanan dan didapatkan dari fraksi terakhir berupa cairan berwarna kuning bening dengan kemurnian 92,13%.

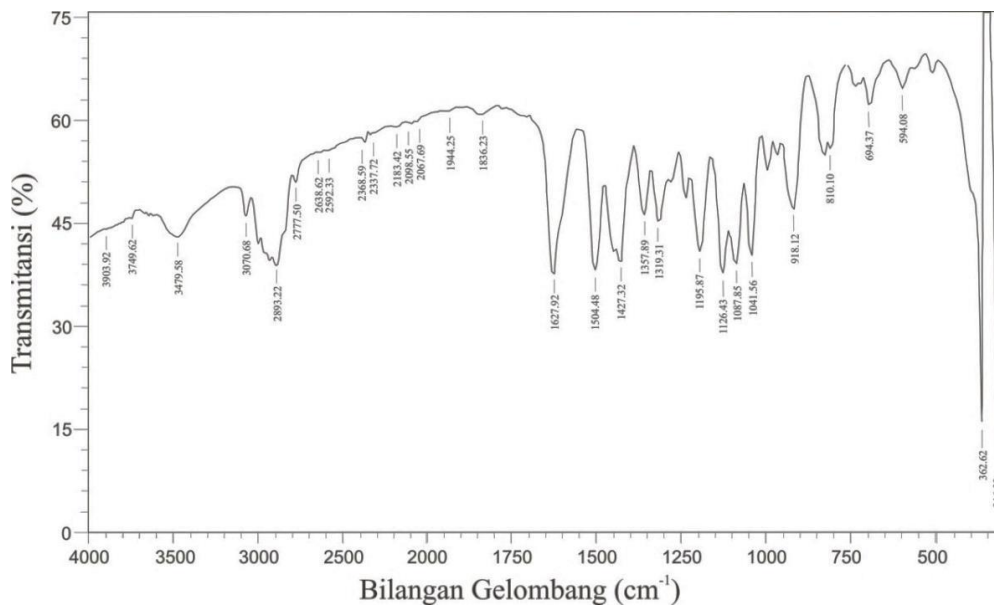
Pada kromatogram GC Puncak ke 2 pada waktu retensi 17,53 menit diduga merupakan senyawa miristisin dengan kemurnian 92,13%. Sifat fisika dari miristisin yang dihasilkan adalah berbentuk cairan kuning bening, berbau

khas pala, berat jenis 0,93 g/ml dan tidak larut dalam air, larut dalam etanol, kloroform, dan eter.

Analisis struktur miristisin dilakukan dengan FTIR dan ^1H NMR disajikan dalam Gambar 7 dan Gambar 8 Analisis dari spektrum FTIR miristisin menunjukkan beberapa pita serapan dan ^1H NMR dari miristisin menunjukkan tujuh puncak proton yang berbeda.



Gambar 6. Kromatogram GC miristisin hasil isolasi

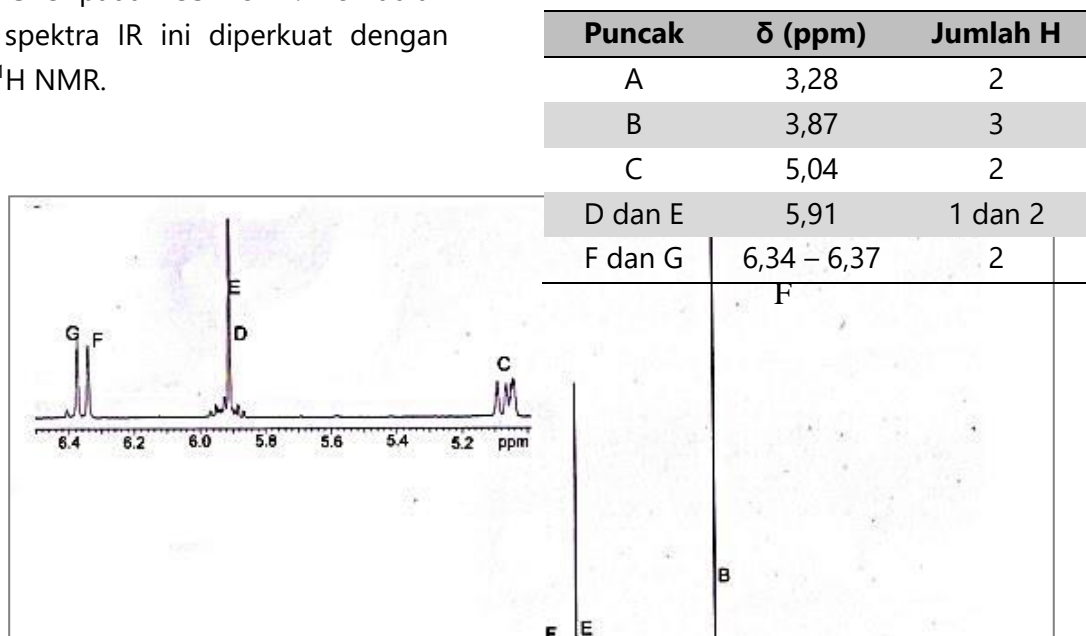


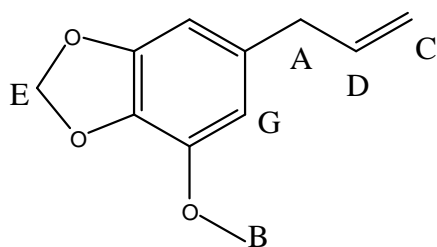
Gambar 7. Kromatogram IR miristin hasil isolasi

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi
3070	=C-H (Csp ²)
2893	-C-H (Csp ³)
1627 dan 1504	(C=C) aromatik
1435	-CH ₂ -
1357	-CH ₃
1128	-C-O-C-

Serapan IR yang muncul sesuai dengan struktur dari miristin yang memiliki gugus eter yang ditunjukkan serapan pada 1128 cm⁻¹, gugus aromatik (cincin benzen) pada 3070 serta 1627 dan 1504 cm⁻¹, CH₃ pada 1357 cm⁻¹. Kemudian hasil spektra IR ini diperkuat dengan hasil ¹H NMR.

Gambar 8. Spektra ¹H NMR m





Gambar 9. Struktur Miristisin

Hasil analisis dengan menggunakan ^1H NMR menunjukkan 7 jenis proton yang berbeda. Pergeseran kimia daerah A pada $\delta = 3,28$ ppm (doblet, 2 H) merupakan pergeseran proton-proton pada $-\text{CH}_2-$. Pergeseran kimia daerah B pada $\delta = 3,87$ ppm (singlet, 3 H) merupakan pergeseran

triplet setara dengan 2 atom H merupakan pergeseran proton-proton pada C sp^2 . Pergeseran kimia daerah D dan E terjadi tumpang tindih pada $\delta = 5,91$ ppm dari $=\text{C}-\text{H}$ (multiplet) dan $-\text{C}-\text{H}$ (singlet). Pergeseran kimia daerah F dan G pada $\delta = 6,34 - 6,37$ ppm (singlet singlet, 2 H) merupakan pergeseran proton-proton pada H aromatik.

Hasil elusidasi miristisin yang telah diisolasi menunjukkan struktur miristisin dengan sangat jelas. Miristisin yang memiliki gugus alil, fenil dan eter membuat senyawa ini berpotensi sebagai senyawa awal dalam sintesis senyawa organik yang dapat bermanfaat.

proton-proton pada gugus metoksi ($-\text{OCH}_3$). Pergeseran kimia daerah C pada $\delta = 5,04$ ppm dengan kenampakan

KESIMPULAN

Minyak pala hasil isolasi dari bagian fuli pala memiliki kualitas yang terbaik dibandingkan dengan bagian daging buah dan biji pala dengan kandungan miristisin sebesar 38,45%. Buah pala dapat menjadi bahan dasar dalam pembuatan minyak pala walaupun kandungan minyak sedikit tetapi memiliki jumlah yang lebih besar daripada biji dan fuli pala. Miristisin hasil isolasi dapat menjadi senyawa awal dalam sintesis senyawa organik.

DAFTAR PUSTAKA

- Agusta.A, 2000, Minyak Atsiri Tumbuhan Tropika Indonesia, ITB, Bandung.
- Friyadi, A., 2002, Isolasi Miristisin dari Minyak Pada (*Myristicinfragnans*) dengan Metode Penyulingan Uap, Thesis, Agroindustrial Technology IPB
- Panitia Teknis Teknologi Kimia, 2006, Standar Nasional Indonesia Minyak Pala, BSN, Jakarta.
- Petrov, O., Ivanova, V., Gerova, M, 2008, SOCl₂/CtOH: Catalytic System For Synthesis Of Chalcones. *J-Catal, Commun.*, 9, 315-316
- Sastrohamidjojo, H., 2004, Kimia Minyak Atsiri, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Sohilait, M, 2010. Sintesis Senyawa Tabir Surya 3,4-Metilendioksi Isoamil Sinamat Dari Safrol Hasil Isolasi Minyak Kulit Lawang. Skripsi-UNPATTI, Ambon
- Sophia, Sipahelut., 2010, Pengaruh Cara Pengeringan dan Destilasi Terhadap Randemen dan Mutu Minyak Daging Buah Pala, Thesis-UGM, Yogyakarta
- Souhoka, A. F., 2009, Sintesis 1-(3-Metoksi-4,5-metilendioksifenil)2-propanon, Skripsi-UNPATTI, Ambon.