

ANALISIS KUANTITATIF KANDUNGAN MENTOL DALAM MINYAK PERMEN SE-  
CARA KROMATOGRAFI-GAS

Oleh : Hardjono Sastrohamidjojo \*)

Pendahuluan

Kromatografi adalah cara pemisahan secara fisika terhadap dua se-nyawa atau lebih berdasarkan atas distribusi diferensial antara-dua fasa, satu fasa diam dan yang lain merupakan zat alir. Dalam hal kromatografi-gas, zat alir adalah berupa gas (1). Pada kroma-tografi-cairan-gas, lazim disebut sebagai kromatografi-gas, cu-plikannya dipisahkan dengan mengalirkannya dalam fasa gas, melalui tabung yang berisi serbuk yang bersifat inert (bahan penegmban) yang berfungsi untuk mengemban zat cair yang sukar menguap (fasa diam). Aliran gas, disebut gas pembawa, dialirkan secara terus-menerus melalui tabung atau kolom. Pemisahan komponen-komponen dari cuplikan terjadi pada kolom berdasarkan proses pertisi yang melibatkan cuplikan, gas pembawas yang bergerak dan fasa cair yang diam (2).

Kromatografi-gas mempunyai dua kegunaan yaitu dapat digunakan un-tuk analisis secara kualitatif dan secara kuantitatif. Pada kesempatan ini penulis ingin mengetengahkan kegunaan kromatografi-gas untuk analisa secara kuantitatif.

Kromatografi-gas merupakan alat yang sangat ampuh untuk memisah-kan campuran-campuran yang kompleks. Cara analisis ini pada das-sarnya memisahkan komponen-komponen dari cuplikan menjadi serang

\*) Bagian Kimia FIPA UEM Luas puncak-luas puncak yang diperoleh

kalian senyawa-senyawa yang murni. Setiap komponen ini dapat segera dikuantitasikan (1). Luas puncak-luas puncak yang diperoleh dalam kromatogram gas adalah sebanding dengan prosentase komponen-komponen dari cuplikan. Prosentase komponen dari cuplikan dapat dihitung dengan pengukuran luas setiap puncak dan pembagian setiap puncak dengan luas total dari semua puncak, misal

$$\% A = \frac{\text{luas A}}{\text{luas total}} \times 100$$

Ada beberapa cara untuk mengukur luas puncak. Salah satu cara adalah perkalian tinggi puncak dengan lebar pada setengah tinggi. Namun, cara ini hanya akan memberikan hasil yang baik bila puncak kromatogram runcing dan simetris. (1,3) pada percobaan ini penghitungan luas puncak menggunakan integrator elektronik yang memberikan hasil lebih akurat secara lazim dipakai. Bilangan yang ditunjukkan oleh integrator adalah sebanding dengan luas setiap puncak.

Disebabkan respon-respon yang berbeda dari detektor terhadap terhadap senyawa-senyawa organik, maka perlu digunakan senyawa standar. Dengan standar ini dapat dihitung faktor koreksi. Ada dua cara standarisasi yang biasa dipakai yaitu eksternal dan internal

Penulis menggunakan cara standarisasi internal untuk menentukan kandungan mentol dalam minyak permen baik sebelum disaponifikasi (penentuan kandungan mentol "bebas") dan setelah disaponifikasi dengan NaOH dalam etanol (penentuan kandungan mentol "total"). Cara ini dipilih karena terdapat keuntungan utama yaitu kita tidak memerlukan volume yang pasti akan diinjeksikan, sehingga tidak membutuhkan penginjeksian yang dapat diulang. Cara standarisasi internal memberikan prosentase berat yang tepat terhadap komponen-komponen dalam cuplikan.

Alat : Untuk pengukuran luas puncak dari kromatogram digunakan Disc Integrator dari Varian Aerograph Model 481 yang dihubungkan dengan Research Chromatograph HP.5750. Kondisi-kondisi yang digunakan adalah sebagai berikut :

Kolom : gelas, panjang 1 meter, diameter dalam 2 mm.

Bahan pergemban : 10% Carbowax 20 M pada chromosorb W.NAW ukuran : 60-80 mesh. Gas pembawa : H<sub>2</sub>, kecepatan 40 ml/min

Kecepatan kertas : 0.5 inch/min. Detektor : T.C.

Suhu injektor : 230°C, suhu T.C. : 290°C, program suhu : 2 min pada 80°C ; 15°C/min hingga 220°C.

Bahan : Cuplikan yang digunakan adalah minyak permen jenis Mentha arvensis dari Tulung Agung, Jawa Timur

Sebagai standar internal dipakai siklohexanol.

#### Percobaan dan hasil

Dibuat campuran dari jumlah yang berbeda dari mentol dan siklohexanol dan kromatogram-gas dari campuran tersebut ditentukan luas puncak dari siklohexanol dan mentol dalam kromatogram diukur.

Jika  $W_1$  = berat mentol  
 $A_1$  = luas mentol  
 $W_{st}$  = berat standar, siklohexanol

Maka 
$$\frac{W_1}{W_{st}} = \frac{A_1}{A_{st}} \quad (I)$$

Hubungan ini adalah benar jika respon mentol terhadap detektor adalah sama untuk standar siklohexanol. Dalam praktek hal ini adalah tidak benar. Hingga diperlukan faktor koreksi, a,

$$\frac{W_1}{W_{st}} = a \frac{A_1}{A_{st}} \quad (II)$$

Faktor a dapat diperoleh dari perhitungan.

Analisis kuantitatif kandungan mentol dalam minyak permen seka - rang dapat dilakukan dengan penambahan sejumlah tertentu dari standar pada sejumlah tertentu dari minyak. Kemudian kromatogram gas dibuat dan luas puncak dari mentol dan siklohexanol diukur.

$$W_1 = a \frac{A_1}{A_{st}} W_{st} \quad (III)$$

Prosentase mentol ditentukan dari :

$$W \text{ (Dalam \%)} = \frac{W_1}{\text{berat cuplikan}} \times 100\% \quad (IV)$$

Standarisasi dengan menggunakan campuran buatan dari mentol murni dan siklohexanol murni.

Cuplikan I	Mentol	Siklohexanol
berat (mg)	58.4	72.2
luas relatif	95174	142092
$W_1$		
$A_1$		
$W_{st}$		
$A_{st}$		
Cuplikan 2		
berat (mg)	15.9	68.5
luas relatif	29924	165842
Cuplikan 3		
berat (mg)	5.4	73.0
luas relatif	13789	211372

#### Perhitungan

No. Cuplikan	$W_1/W_{st}$	$A_1/A_{st}$	$a = \frac{W_1/W_{st}}{A_1/A_{st}}$
1	0.809	0.690	1.21
2	0.232	0.180	1.29
3	0.074	0.065	1.14
rata-rata		rata-rata:	1.21

#### Penentuan kandungan mentol "bebas"

Sejumlah kecil minyak permen ditimbang dan kemudian sejumlah sik-

loxehanol ditambahkan. Berat dan luas puncak dari minyak dan siklohexanol adalah sebagai berikut :

Percobaan	Berat (mg)		Luas mentol dan siklohexanol dan campuran	
	Minyak	Siklohexanol	Mentol	Siklohexanol
B <sub>1</sub>	62.9	70.3	67840	205807
B <sub>2</sub>	53.6	73.3	48966	167953

Dengan menggunakan persamaan (III) dan (IV) maka berat ( $W_1$ ) dan prosentase kandungan mentol dalam minyak permen dapat dihitung :

Perhitungan	$W_1$ (mg)	%Mentol	Rata-rata % Mentol
B 1	28.0	44.5	45.8
B 2	25.0	47.0	

#### Penentuan kandungan mentol "total"

Sejumlah kecil dari minyak permen yang telah disaponifikasi ditimbang dan sejumlah siklohexanol ditambahkan. Berat dan luas dari senyawa-senyawa tersebut adalah :

Percobaan	Berat (mg)		Luas	
	Minyak yang telah disaponifikasi	Siklohex	Mentol	Siklohex.
C 1	42.1	63.0	61085	137829

Berat ( $W_1$ ) dan prosentase kandungan mentol "total" dalam minyak permen dapat diperoleh dengan menggunakan persamaan (III) dan (IV)

Perhitungan	Berat (mg)	% mentol "total"
C-1	34.8	82.9

#### Daftar pustaka

1. Gas Chromatography. Published by Hewlett Packard F&M Scientific Division
2. Gas Chromatographic Separation. Published by Varian.
3. H.M. McNair and E.J. Bonelli, "Basic Gas Chromatography", 1969 Varian

