

Pemanfaatan Silika Gel 70-230 Mesh Bekas Sebagai Pengganti Fase Diam Kromatografi Kolom pada Praktikum Kimia Organik

Emilda¹, Noviza Delfira²

¹Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Riau Pekanbaru, 28293
emilda@staff.unri.ac.id

²Laboratorium Biokimia, Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Riau, Pekanbaru, 28293
noviza.delfira@staff.unri.ac.id

Submisi: 3 Februari 2023; Penerimaan: 27 Maret 2023

ABSTRAK

*Salah satu modul percobaan dalam Praktikum Kimia Organik di laboratorium kimia organik jurusan kimia FMIPA-UNRI adalah kromatografi, yaitu kromatografi kolom yang menggunakan silika gel 70-230 mesh sebagai fase diam. Namun setelah selesai penggunaan, silika gel 70-230 mesh menjadi limbah yang di buang begitu saja. Sedangkan harga dari silika gel 70-230 mesh cukup mahal. Oleh karena itu dilakukan penelitian tentang pemanfaatan silika gel 70-230 mesh bekas sebagai pengganti fase diam kromatografi kolom pada praktikum kimia organik. Penelitian dilakukan dengan cara mencuci silika gel bekas menggunakan larutan 40 mL bayclin yang di encerkan dalam 500 mL akuades, selanjutnya pencucian dilakukan secara bertahap dengan akuades dan metanol teknis, kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 2 jam. Silika gel kotor dicuci sebanyak 200 gram dan didapatkan 194,212 gram silika gel bersih berwarna putih. Uji terhadap kemampuan silika gel setelah dicuci dalam memisahkan komponen yang terdapat pada campuran ekstrak metanol ubi jalar ungu (*Ipomoea batatas*) dan ekstrak metanol daun pucuk merah (*Syzygium oleana*), dibandingkan dengan silika gel baru. Hasil uji menunjukkan 4 pita serapan pada silika gel setelah dicuci, dan 4 pita serapan pada silika gel baru, yang ditandai dengan terbentuk 4 warna yang berbeda pada silika gel di tabung kolom dan pada vial penampung baik untuk ekstrak metanol ubi ungu maupun ekstrak metanol daun pucuk merah. Hal ini menunjukkan bahwa silika gel yang dicuci dengan bayclin mempunyai kemampuan memisahkan senyawa yang terdapat pada ekstrak metanol ubi ungu dan ekstrak metanol daun pucuk merah. Berdasarkan hasil penelitian tersebut silika gel yang telah dicuci selanjutnya dapat digunakan untuk kebutuhan praktikum kimia organik II khususnya di laboratorium kimia organik FMIPA Universitas Riau.*

Kata kunci : silika gel; bayclin.

PENDAHULUAN

Kromatografi adalah metode pemisahan kimia berdasarkan perbedaan distribusi zat dalam fase padat dan fase gerak. Tujuan kromatografi biasanya untuk memisahkan senyawa-senyawa dalam suatu campuran. Pemisahan dengan kromatografi dapat dilakukan dengan mudah dan cepat hanya dengan menggunakan peralatan yang relatif sederhana (Fasya, 2018).

Berdasarkan jenis fase gerak dan mekanisme pemisahannya kromatografi dapat dibagi menjadi beberapa jenis. Jika ditinjau dari fase geraknya meliputi kromatografi cair, kromatografi gas, kromatografi adsorpsi, dan kromatografi partisi. Jika ditinjau dari mekanismenya meliputi kromatografi pertukaran ion dan kromatografi gel. Jika ditinjau dari fase diamnya berupa kromatografi kolom, kromatografi lapis tipis, dan kromatografi kertas (Dwiarso, 2017)

Prinsip kerja kromatografi kolom adalah adanya perbedaan absorbansi dari masing-masing senyawa campuran yang akan dipisahkan. Senyawa polar lebih kuat diserap dalam gel silika, menyebabkannya turun lebih lambat, sedangkan senyawa non-polar lebih lemah diserap dan bergerak lebih cepat. Senyawa dalam kolom terpisah membentuk pita serapan sesuai dengan polaritas senyawa dan mengalir keluar kolom dengan pelarut (fase gerak) dengan polaritas yang sama (Syahmani, 2017). Fase gerak yang digunakan dapat berupa pelarut murni atau campuran dua pelarut yang bersesuaian dengan perbandingan tertentu. Optimasi pelarut dilakukan melalui uji pendahuluan menggunakan plat KLT dengan pelarut yang sama namun volume yang diperkecil (Mirawati, 2022).

Salah satu modul percobaan dalam Praktikum Kimia Organik di laboratorium kimia organik jurusan kimia FMIPA-UNRI adalah kromatografi, yaitu kromatografi kolom, menggunakan fase diam silika gel dengan ukuran 70-230 mesh sedangkan fase geraknya adalah merupakan campuran dari beberapa pelarut organik yaitu yang bersifat non polar, semi polar dan polar. Penelitian yang dilakukan pada umumnya adalah isolasi senyawa metabolit sekunder dari tumbuhan. Isolasi senyawa metabolit sekunder yang dilakukan salah satunya adalah menggunakan kromatografi kolom dengan menggunakan silika gel 70-230 mesh sebagai fase diam. Silika gel 70-230 mesh yang digunakan pada penelitian tersebut hanya menjadi limbah, yang pada penelitian ini akan dimanfaatkan dengan cara pencucian menggunakan larutan pemutih (*bayclin*).

Larutan pemutih adalah bahan kimia yang biasa digunakan dibidang industri, rumah tangga, rumah sakit dan di laboratorium. Senyawa kimia ini dapat membunuh kuman, memutihkan

pakaian dan menghilangkan noda. Senyawa kimia yang biasa digunakan sebagai pemutih adalah natrium hipoklorit (NaOCl). Natrium hipoklorit murni adalah berbentuk serbuk berwarna putih, merupakan senyawa yang tidak stabil dan bereaksi secara kimia di dalam air. Reaksi NaOCl dalam air menghasilkan HOCl atau asam hipoklorida dan natrium hidroksida.



Asam hipoklorit yang dihasilkan bertindak sebagai oksidator, sehingga dapat memutus ikatan pada kromofor, yang merupakan bagian dari molekul pemberi warna. Hal ini menyebabkan struktur ikatan kromofor berubah atau putus. Kemampuan kromofor untuk menyerap dan memantulkan cahaya diubah sehingga tidak dapat menghasilkan warna. Dengan cara ini, NaOCl menghilangkan noda dari kain dan juga mencerahkan warna keseluruhan (Sulistya, 2020).

Berdasarkan prinsip kerja NaOCl yang dapat menghilangkan noda, maka diharapkan NaOCl yang terdapat pada larutan *bayclin* juga dapat menghilangkan kotoran ataupun sisa-sisa sampel yang menempel pada silika gel serta dapat memutihkan kembali warna dari silika gel tersebut.

Sampel yang biasa digunakan untuk percobaan kromatografi kolom pada praktikum kimia organik di laboratorium kimia organik FMIPA UNRI adalah ekstrak tumbuhan salah satunya untuk pemisahan komponen ekstrak metanol ubi jalar ungu dan ekstrak metanol daun pucuk merah. Pucuk merah (*Syzygium oleana*) merupakan tumbuhan yang banyak digunakan sebagai tanaman hias, bersifat antioksidan dan jika diremas daunnya akan mengeluarkan aroma yang khas (Haryanti *et al*, 2021). Daun pucuk merah mengandung senyawa metabolit sekunder yaitu flavonoid dan terpenoid.

Pucuk merah juga bermanfaat menurunkan kadar glukosa darah (Sundhani *et al*, 2016). Ubi jalar ungu (*Ipomoea batatas*) memiliki kulit dan daging umbi yang berwarna ungu kehitaman (ungu pekat). Kandungan antosianin yang cukup tinggi pada ubi jalar ungu menyebabkan ubi jalar ungu dapat bermanfaat sebagai antioksidan alami (Wahyuniet *al*, 2016).

Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah memanfaatkan silika gel kotor yang merupakan limbah penelitian dilaboratorium kimia organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Riau, dengan pencucian menggunakan larutan pemutih.

METODE PENELITIAN

Tempat dan waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium kimia organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Riau selama 6 bulan yaitu bulan April – September 2022.

Alat dan Bahan yang digunakan

Silika gel (70-230 mesh) (Merck), Metanol (Merck), Metanol teknis (Brataco), plat KLT GF₂₅₄(Merck), heksana (Merck), etilasetat (Merck), akuades, dan larutan pemutih (*bayclin*). Alat yang digunakan adalah neraca dan alat-alat gelas yaitu : Kolom kromatografi, erlenmeyer, corong, gelas ukur, gelas piala.

Pencucian Silika Gel (70-230 mesh).

Silika gel (70-230 mesh) bekas sebanyak 200 gram, dicuci dengan menggunakan cairan pemutih (*bayclin*) yang diencerkan dengan akuades, yaitu 40 mL *bayclin* di tambahkan dengan akuades 500 mL akuades. Pencucian dilakukan dengan cara menempatkan silika gel dalam suatu wadah,

ditambahkan larutan *bayclin* dan diaduk, kemudian dibiarkan selama 30 menit, setelah itu larutan *bayclin* dibuang dan dicuci dengan akuades secara berulang sampai pH normal dan bau *bayclin* hilang. Silika dicuci menggunakan metanol teknis 4 kali secara berulang dan diaktivasi dengan cara dipanaskan pada suhu 105°C selama 2 jam.

Silika gel yang sudah bersih selanjutnya di uji efektivitasnya sebagai fase diam pada kromatografi kolom menggunakan ekstrak metanol ubi jalar ungu (*Ipomoea batatas*) dan ekstrak metanol daun pucuk merah (*Syzygium oleana*.) serta dibandingkan dengan silika gel baru. Efektivitas silika gel dilihat dari terbentuknya pita serapan pada kolom, setiap pita serapan akan memberikan warna yang berbeda, dan dialirkan keluar kolom bersama pelarut, kemudian di tampung pada vial dan dipisahkan berdasarkan warna yang terbentuk.

Uji Pemisahan Komponen Senyawa Terhadap Silika Gel (70-230 Mesh) dengan Kromatografi Kolom.

a. Persiapan Kolom

Fase diam pada kromatografi kolom dibuat dengan cara membuat bubur silika, yaitu 20 gram silika gel ditambahkan pelarut n-heksana, diaduk rata dan dituang ke dalam kolom dengan posisi kran terbuka. Elusi kolom menggunakan n-heksana beberapa kali sampai silika gel memadat, setelah itu kran ditutup dan sampel siap untuk diuji.

b. Persiapan sampel

20 gram sampel dihaluskan dengan lumpang, ditambahkan 25 mL metanol dan aduk sampai rata, diamkan selama 20 menit, kemudian disaring, lalu dipisahkan pada penangas air sampai volume tinggal 10 mL. Preadsorpsi dilakukan pada 1 gram sampel dengan silika gel.

c. Uji Kromatografi lapis tipis (KLT)

Ekstrak sampel dilarutkan sedikit dengan metanol kemudian totolkan pada plat KLT menggunakan pipa kapiler dan elusi di dalam bejana pengembang, dengan pelarut non polar sampai pelarut polar hingga didapatkan hasil pemisahan yang baik. (Rosamah, 2019).

d. Proses Pemisahan

Sampel yang telah dipreadsorpsi dimasukkan dalam kolom. Selanjutnya dielusi secara bergradien dari pelarut non polar ke pelarut polar yaitu menggunakan n-heksan, etilasetat dan metanol. Kepolaran ditingkatkan secara bertahap menggunakan campuran dua pelarut (eluen) dengan perbandingan tertentu. Penambahan masing-masing eluen tergantung kepada warna atau pita serapan yang terbentuk, jika satu warna sudah tidak turun maka

kepolaran eluen segera dinaikan. Hasil pemisahan yang keluar ditampung dalam botol-botol (vial) volume 10 MI dan dipisahkan berdasarkan warnanya. (Eryanti *et al*, 2019).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pencucian silika gel

Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari pencucian 200 gram silika gel bekas didapatkan silika gel yang bersih dan berwarna putih dengan berat 194,212 gram (Gambar 1). Silika gel setelah dicuci berwarna putih bersih yang jika dibandingkan dengan silika gel baru yang belum pernah dipakai tidak terdapat adanya perbedaan warna. (Gambar 2). Selisih berat yang didapatkan karena adanya pengotor pada silika gel bekas, pengurangan pada saat dilakukan penyaringan dan berkurangnya kadar air pada saat pemanasan.



Gambar 1. Silika gel a) sebelum dicuci dan b) setelah dicuci



Gambar 2. Silika gel baru (A) dan Silika gel setelah dicuci (B)

Uji Pemisahan Komponen Senyawa Terhadap Silika Gel (70-230 Mesh) dengan Kromatografi Kolom.

a. Kromatografi kolom Ekstrak Metanol Ubi Jalar Ungu (*Ipomoea batatas*)

Hasil pengujian dengan KLT terhadap ekstrak metanol ubi jalar ungu didapatkan pemisahan pada perbandingan eluen etilasetat : metanol (8:2), (Gambar 3). Berdasarkan hasil dari KLT tersebut maka didapatkan optimasi eluen untuk kromatografi kolom dimulai dari etilasetat 100% dan selanjutnya kepolaran ditingkatkan secara bertahap (Tabel 1).



Gambar 3. Hasil KLT Ekstrak Metanol Ubi Jalar Ungu (*Ipomoea batatas*)

Hasil kromatografi kolom terhadap ekstrak metanol ubi jalar ungu (*Ipomoea batatas*) menggunakan silika gel setelah dicuci menghasilkan 4 pita serapan yang dapat dilihat dari terbentuknya 4 warna yang berbeda pada kolom dan juga dilihat dari hasil kolom yang ditampung pada vial (Gambar 4). Hasil kolom ekstrak metanol ubi jalar ungu (*Ipomoea batatas*) menggunakan silika gel baru juga menghasilkan 4 pita serapan yang dapat dilihat dari terbentuknya 4 warna yang berbeda pada kolom dan juga dilihat dari hasil kolom yang ditampung pada vial (Gambar 5).

Tabel 1. Perbandingan Pelarut Yang Digunakan Pada Kromatografi Kolom Ekstrak Metanol umbi ubi jalar ungu (*Ipomoea batatas*)

Pelarut	Perbandingan Pelarut
Etilasetat	100%
Etilasetat : Metanol	8 : 2
Etilasetat : Metanol	6 : 4
Etilasetat : Metanol	4 : 6
Etilasetat : Metanol	2 : 8
Metanol	100 %

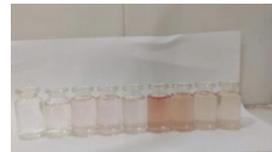


a



b

Gambar 4. Kromatografi kolom menggunakan silika gel setelah dicuci dengan sampel ekstrak metanol ubi jalar ungu (*Ipomoea batatas*)



Gambar 5. Kromatografi Kolom Menggunakan Silika Gel Baru dengan Sampel Ekstrak Metanol Ubi Jalar Ungu (*Ipomoea batatas*)

b. Kromatografi kolom Ekstrak Metanol Daun Pucuk Merah (*Syzygiumoleana*)

Hasil pengujian dengan KLT terhadap ekstrak metanol daun pucuk merah (*Syzygiumoleana*.) didapatkan pemisahan pada eluen etil asetat 100%. (Gambar 6). Berdasarkan hasil dari KLT tersebut maka untuk optimasi eluen pada kromatografi kolom dimulai dengan menurunkan kepolaran eluen yaitu dimulai dari perbandingan heksan : etilasetat (4:6) dan selanjutnya kepolaran ditingkatkan secara bertahap (Tabel 2).



Gambar 6. Hasil KLT ekstrak metanol daun pucuk merah (*Syzygiumoleana*.)

Hasil kromatografi kolom ekstrak metanol daun pucuk merah (*Syzygium*

oleana.) menggunakan silika gel setelah dicuci menghasilkan 4 pita serapan yang dapat dilihat dari terbentuknya 4 warna yang berbeda dan juga dilihat dari hasil kolom yang ditampung pada vial (Gambar 7). Hasil kromatografi kolom ekstrak metanol daun pucuk merah (*Syzygium oleana*.) menggunakan silika gel baru menghasilkan 4 pita serapan yang dapat dilihat dari terbentuknya 4 warna yang berbeda dan juga dilihat dari hasil kolom yang ditampung pada vial (Gambar 8).

Tabel 2. Perbandingan Pelarut Yang Digunakan Pada Kromatografi Kolom Ekstrak Metanol Daun Pucuk Merah (*Syzygiumoleana*).

Pelarut	Perbandingan Pelarut
n-Heksan : Etilasetat	4 : 6
n-Heksan : Etilasetat	2 : 8
Etilasetat	100%
Etilasetat : Metanol	8 : 2
Etilasetat : Metanol	6 : 4
Etilasetat : Metanol	4 : 6
Etilasetat : Metanol	2 : 8
Metanol	100 %



a



b

Gambar 7. Kromatografi kolom menggunakan silika gel setelah dicuci dengan sampel ekstrak metanol daun pucuk merah (*Syzygiumoleana*.)



Gambar 8. Kolom kromatografi menggunakan silika gel baru dengan sampel ekstrak metanol daun pucuk merah (*Syzygium oleana*.)

Berdasarkan hasil kromatografi kolom terhadap pemisahan komponen senyawa pada sampel tidak didapatkan adanya perbedaan antara silika gel setelah dicuci dengan silika gel yang baru. Ini menandakan bahwa silika setelah dicuci dapat dimanfaatkan untuk kebutuhan praktikum kimia organik

PENUTUP

Kesimpulan

Kesimpulan dari hasil penelitian ini adalah silika gel 70-230 mesh bekas dapat dimanfaatkan untuk pemisahan senyawa pada ekstrak ubi jalar ungu dan daun pucuk merah dengan kromatografi kolom, dan warna silika gel yang dicuci mirip dengan silika gel baru.

Saran

Saran yang dapat disampaikan untuk penelitian lanjutan adalah melakukan analisis kuantitatif pada fraksi hasil pemisahan menggunakan silika gel 70-230 mesh yang telah dicuci.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada LPPMP Universitas Riau yang telah mendanai sepenuhnya penelitian ini melalui Hibah Penelitian Pranata Laboratorium Pendidikan (PLP) program AKSI ADB.

DAFTAR PUSTAKA

- Dwiwarso R. 2017. Metode Kromatografi: Prinsip Dasar, Praktikum dan Pendekatan Pembelajaran Kromatografi. Deepublish, Yogyakarta.
- Eryanti Y, Yuharmen, Zamri, A. 2019. Penuntun Praktikum Kimia Organik II Jurusan Kimia FMIPA Universitas Riau. Pekanbaru
- Fasya A.G, Tyas A.P, Mubarakah F.A. 2018. Variasi Diameter Kolom dan Rasio Sampel-Silika pada Isolasi Steroid dan Triterpenoid Alga Merah *Eucheuma cottonii* dengan Kromatografi Kolom Basah. *Journal Of Chemistry*, 6 : (2) 57-64.
- Haryanti D, Budyaningrum L, Denisa E, Hani R. 2021. Identifikasi Hama Dan Penyakit Pada Tanaman Pucuk Merah (*Syzygium Oleana*). *Florea : Jurnal Biologi dan Pembelajarannya*, 8(1), 39-47
- Mirawati. "Kromatografi Kolom". 16 Juli 2022. <https://www.slideshare.net/idafar masi/kromatografi-kolompptx>
- Rosamah E. 2019. Kromatografi Lapis Tipis: Metode Sederhana dalam Analisis Kimia Tumbuhan Berkayu. Mulawarman University Press. Samarinda
- Sulistya IA. 2020. Pengaruh Penggunaan Natrium Hipoklorit (NaOCl) dalam Cairan Pemutih pakaian sebagai pereaksi pengujian ammonia pada air limbah. *Integrated Lab Journal* (01) 01.
- Sundhani E, Syarifah DCN, Zumrohani LR, Nurulita NA, 2016. Efektivitas Ekstrak Etanol Daun Adam Hawa (*Irhoec discolor*) dan Daun Pucuk Merah (*Syzygium campanulatum* Korth.) pada Tikus Jantan Galur wistar dengan Pembebanan Glukosa. *Pharmacy*, Vol.13 N0.02, 137-148.
- Syahmani, Leny, Iriani R, Elfa N. 2017. Penggunaan Kitin Sebagai Alternatif Fase Diam Kromatografi Lapis Tipis Dalam Praktikum Kimia Organik. *Jurnal Vidya Karya* (32), 1.
- Wahyuni S, Nurulita Y, Nugroho TT. 2016. Penentuan Kadar Fenolik Total Ekstrak 40% Etanol Dan Metanol Asam Ubi Ubi Jalar Ungu (*Ipomoea batatas*). *Ind.Che.Acta* Vol.6(1)