

Skripsi

**KONVERSI PATCHOULI ALKOHOL MENJADI BETA PATCHOULENE
DARI FRAKSI MINYAK ATSIRI TANAMAN NILAM (*Pogostemon cablin*
Benth) KABUPATEN LUWU UTARA**

LA ODE EBET

H031171027



DEPARTEMEN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS HASANUDDIN

MAKASSAR

2022

**KONVERSI PATCHOULI ALKOHOL MENJADI BETA PATCHOULENE
DARI FRAKSI MINYAK ATSIRI TANAMAN NILAM (*Pogostemon cablin*
Benth) KABUPATEN LUWU UTARA**

*Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar sarjana sains*

Oleh:

LA ODE EBET

H031171027



MAKASSAR

2022

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**KONVERSI PATCHOULI ALKOHOL MENJADI BETA PATCHOULENE
DARI FRAKSI MINYAK ATSIRI TANAMAN NILAM (*Pogostemon cablin*
Benth) KABUPATEN LUWU UTARA**

Disusun dan diajukan oleh

LA ODE EBET

H031 17 1027

Telah dipertahankan di hadapan Panitia Ujian Sidang Sarjana Program Studi

Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

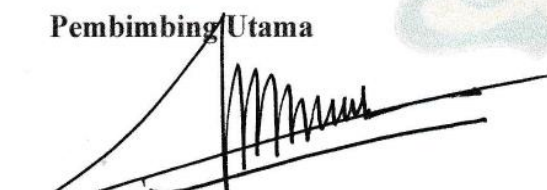
Universitas Hasanuddin

Pada 7 September 2022

dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan

Menyetujui,

Pembimbing Utama




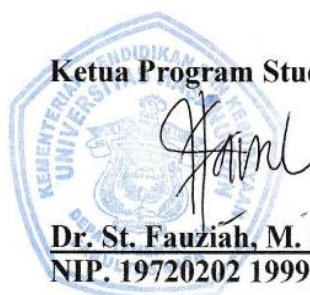
Prof. Dr. Nunuk Hariani Soekamto, M.S
NIP. 196012151987022001

Pembimbing Pertama



Syadza Firdausiah, S. Si., M.Sc
NIP. 199005262019032013

Ketua Program Studi

Dr. St. Fauziah, M. Si
NIP. 19720202 199903 200

PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : La Ode Ebet

NIM : H031171027

Program Studi : Kimia

Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa Skripsi dengan judul “ Konversi Patchouli Alkohol menjadi Beta Patchoulene dari Fraksi Minyak Atsiri Minyak Nilam (*Pogostemon Cablin Benth*) Kabupaten Luwu Utara” adalah karya saya sendiri dan tidak melanggar hak cipta pihak lain. Apabila dikemudian hari terbukti bahwa sebagian atau keseluruhan skripsi ini adalah hasil karya orang lain yang saya pergunakan dengan cara melanggar hak cipta pihak lain, maka saya bersedia menerima sanksi.

Makassar, 7 September 2022

Yang Menyatakan,



La Ode Ebet

LEMBAR PERSEMBAHAN

فَإِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا

Artinya :

“Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan.”

(Quran Surat al-Insyirah Ayat 5-6)

PRAKATA

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala anugerah, nikmat kesehatan, nikmat kesempatan dan nikmat iman yang tiada tara, juga kepada Nabi Muhammad SAW yang telah menjadi suri tauladan bagi umat manusia sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Konversi patchouli alkohol menjadi beta patchoulene dari fraksi minyak atsiri tanaman nilam (*pogostemon cablin benth*) kabupaten luwu utara” dengan baik dan sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana Sains Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Banyak pihak yang telah berperan penting dalam membantu penyelesaian skripsi ini, baik secara moril, materil, maupun spiritual maka dalam kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada

1. kedua orang tua, Ibunda tercinta **Wa Ode Remi** dan Ayahanda tercinta **La Ode Bohoke** terima kasih atas segala perjuanganmu hingga titik ini tidak pernah lelah dalam mendidik saya kearah yang lebih baik, ketika dunia menutup pintunya pada saya, ayah dan ibu membuka lengannya untuk saya, ketika orang-orang menutup telinga mereka untuk saya, mereka berdua membuka hati untukku, Terima kasih karena selalu ada untukku.
2. kakak saya tercinta **Nia, Melani, Samrin, Damrin** yang selama perkuliahan ketika saya minta sesuatu selalu diberikan
3. Ayahanda **Alm. Dr. Firdaus Zenta, M.S** dan **Prof. Dr. Nunuk Hariani Soekamto, M.S** selaku dosen pembimbing utama sekaligus penasihat akademik saya yang telah memberikan begitu banyak ilmu, bantuan, masukan, motivasi dan dorongan sehingga bisa menyelesaikan penelitian saya sampai ditahap penyelesaian skripsi saya.

4. Ibunda **Syadza Firdausiah, S, Si., M.Sc** selaku dosen pembimbing pertama saya yang juga membimbing saya, meluangkan waktunya untuk memberikan masukan dan saran-saran mengenai penelitian saya sampai dengan penyelesaian skripsi.
5. Ayahanda **Prof. Dr. Abd Wahid Wahab, M.Sc** dan Ibunda **Dr. Seniwati Dali, M.Si** selaku tim penguji yang telah memberikan banyak ilmu saran dan masukan selama proses penyusunan skripsi ini.
6. Seluruh **staf Dosen Departemen Kimia** yang telah memberikan banyak ilmu dan senantiasa mengajar kami selama proses perkuliahan berlangsung.
7. Seluruh *analisis laboratorium* yang senantiasa membantu penulis dalam memenuhi kelengkapan selama proses penelitian berlangsung di lab.
8. Teman saya **Nur Alim, Hendrianus Layuk Ada, Andrian Nardus Yoel, Taufik Hidayat, Indo Esse, Charmelia Asma Sukmastuty, Andi Nur Annisa, Safira Muliani, Ishar, Eka Pratiwi, Andi Sitti Ru'yah, Ahmad Maldini, Rafiqi Barid, Megawati, Yuyun Sukawati Rusma, Annisa Luthfiyyah, Riska, Nurhaini, Irzha Adiwira, Yosua Tanzil, Muh Alfiadhi, Yayuk Tri Utami, Amrullah, Lulu Sri Rahayu, Ramlawati, Nurul Huda, Trimelinea, Winisty, Oxana Arung, Dwi Eunike, Anni Aulya Syam, Cicilia Oktafiani Sefa, Moelkaiva, Siti Fatima, Sultan, Indah Suci Ramdhani, Eriska Regita, Syamsuriadi, Moh Arfadillah, Wiwinda, Nur Afifah Zahra, Sumiati Hadriani, Fitriana M Amin, Hernawati, Alfiah, Andi Besse, Aidul, Nurmi, Moh Fadhli, Hasanudin, Abbas, Wahyudin, Riska Faisal, Farda, Tenri, Merlin, Furqon, Marfa Fatir, Salim, Amusa, Afifah Mahdiyyah, Joe, Abdur** yang telah membantu

9. Teman-teman seperjuangan **ALIFATIK 2017** dan **KIMIA 2017** yang mengajarkan arti kebersamaan yang sesungguhnya yang selalu ada dari awal sampai saat ini.
10. Muna squad, **La Ode Sarmin, Dian Madya, Indah Rahmawati, Syahril, Eka Hesti Hastuti, Kakak Ani, Kanda Joe, Dan Kakak Dian** terima kasih atas segalanya
11. Untuk diri ini yang masih mau berjuang

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Akhir kata semoga skripsi ini bermanfaat bagi diri penulis pribadi maupun pembaca. Terimakasih.

Makassar, Juni 2022

Penulis

ABSTRAK

Minyak nilam adalah minyak atsiri yang diperoleh dari hasil penyulingan daun, batang, dan cabang tanaman nilam. Salah satu komponen aktif minyak nilam yang telah banyak diteliti manfaatnya dalam bidang ilmu kesehatan yaitu beta patchoulene (β -PAE). Perolehan β -PAE dapat ditingkatkan melalui konversi patchouli alkohol (PA). Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui kandungan PA dan β -PAE dalam minyak nilam yang diperoleh dari kabupaten Luwu Utara, mengetahui suhu distilasi yang memberikan fraksi dengan kadar PA tertinggi, melakukan reaksi konversi PA menjadi β -PAE dan menentukan rendemen reaksinya serta pengaruh komponen lain pada reaksi. Pada Penelitian ini dilakukan distilasi fraksinasi vakum untuk peningkatan kadar PA pada tekanan 65 mmHg, kemudian dianalisis GC-MS. Hasil fraksinasi diperoleh 3 fraksi dan dilanjutkan untuk proses konversi PA menjadi β -PAE menggunakan katalis H_2SO_4 dalam pelarut etanol 96% dan dibandingkan dengan konversi langsung minyak nilam yang dilanjutkan dengan analisis GC-MS. Perolehan persen rendemen fraksi minyak nilam, fraksi I, fraksi II, dan fraksi III berturut-turut 76,26%, 36,72%, 47,05%, dan 52,87%. Hasil analisis menunjukkan konversi terbaik adalah fraksi minyak nilam yang mengandung jumlah komponen sedikit dengan penurunan senyawa PA terbesar.

Kata Kunci: Beta-patchoulene, Distilasi fraksinasi vakum, Minyak nilam, dan Patchouli alkohol,

ABSTRACT

Patchouli oil is an essential oil obtained from the distillation of the leaves, stems and branches of the patchouli plant. One of the active components of patchouli oil which has been widely studied in the health sciences is beta patchoulene (β -PAE) and can be increased through patchouli alcohol (PA) conversion. The purpose of this study was to measure the content of PA and β -PAE in patchouli oil obtained from North Luwu Regency, to know the distillation temperature which gave the fraction with the highest PA content, to carry out the conversion reaction of PA to β -PAE and to determine the yield of the reaction and the effect of other components on the reaction. In this study, vacuum fractionation distillation was carried out to increase PA levels at a pressure of 65 mmHg, then analyzed by GC-MS. The results obtained were 3 fractions and then continued for the conversion process of PA to β -PAE using H₂SO₄ catalyst in 96% ethanol solvent and compared with direct conversion of patchouli oil followed by GC-MS analysis. The percentage of patchouli oil yield, respectively fraction patchouli oil, fraction I, fraction II, and fraction III were 76.26%, 36.72%, 47.05%, and 52.87%. The results of the analysis showed that the best conversion was patchouli oil fraction which contained the least amount of components with the largest decrease in PA compounds.

Keywords: Beta-patchoulene, Vacuum fractionation distillation, Patchouli alcohol, and Patchouli oil.

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR PERSEMBAHAN	iv
PRAKATA	v
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian	5
1.3.1 Maksud Penelitian	5
1.3.2 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Minyak Nilam	7
2.2 Patchouli Alkohol	9
2.3 Beta Patchoulene	11
2.4 Metode-Metode Reaksi Dehidrasi	13
2.4.1 Reaksi Alkohol menjadi Eter	13

2.4.2 Reaksi Alkohol menjadi Alkena	14
2.4.3 Reaksi amida menjadi Nitril	14
BAB III METODE PENELITIAN.....	15
3.1 Bahan Penelitian.....	15
3.2 Alat Penelitian.....	15
3.3 Waktu dan Tempat Penelitian	15
3.4 Prosedur Penelitian.....	15
3.4.1 Analisis GC-MS	15
3.4.2 Tahapan Distilasi Fraksinasi Vakum	16
3.4.3 Tahapan Konversi Patchouli Alkohol menjadi Beta Patchoulene dengan Katalis Asam Sulfat	16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	18
4.1 Komponen Kimia Minyak Nilam.....	18
4.1.1 Fragmentasi PA.....	19
4.1.2 Framentasi β -PAE	21
4.2 Distilasi Fraksinasi vakum.....	24
4.3 Konversi PA menjadi β -PAE.....	25
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	31
5.1 Kesimpulan	31
5.2 Saran.....	31
DAFTAR PUSTAKA	32
LAMPIRAN.....	39

DAFTAR TABEL

Tabel	halaman
1. Spesifikasi Syarat Mutu PO	9
2. Karakteristik Patchouli Alkohol.....	11
3. Komponen Kimia dalam Minyak Nilam.....	18
4. Persentase PA dan β -PAE Hasil Distilasi Fraksinasi Vakum.....	23
5. Persentase PA dan β -PAE Sebelum dan Setelah Konversi.....	25
6. Jumlah Komponen dan Rendemen Reaksi Konversi.....	27

DAFTAR GAMBAR

Gambar	halaman
1. Tanaman Nilam.....	8
2. Struktur Molekul PA.....	10
3. Struktur β -PAE.....	12
4. Pola Fragmentasi PA jalur I.....	19
5. Pola Fragmentasi PA jalur II.....	21
6. Mass Spektrum PA.....	21
7. Pola Fragmentasi β -PAE jalur I.....	22
8. Pola Fragmentasi β -PAE jalur II.....	23
9. Mass spektrum β -PAE.....	24
10. Reaksi Konversi PA menjadi β -PAE.....	26
11. konversi pogostol menjadi α -guaiene, δ -guaiene atau γ -gurjunene....	28
12. Konversi PA menjadi seychellene, α -patchoulene, atau γ -patchoulene	29

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	halaman
1. Skema Kerja Penelitian	39
2. Bagan Kerja Penelitian.....	40
3. Kromatogram Minyak Nilam	42
4. Kromatogram Distilat Fraksi I.....	42
5. Kromatogram Distilat Fraksi II.....	44
6. Kromatogram Distilat Fraksi III.....	45
7. Kromatogram Hasil Konversi Minyak Nilam.....	46
8. Mass Spektrum Hasil Konversi Minyak Nilam.....	47
9. Kromatogram Hasil Konversi Fraksi I.....	48
10. Mass Spektrum Hasil Konversi Fraksi I.....	49
11. Kromatogram Hasil Konversi Fraksi II.....	50
12. Mass Spektrum Hasil Konversi Fraksi II	51
13. Kromatogram Hasil Konversi Fraksi III.....	52
14. Mass Spektrum Hasil Konversi Fraksi III.....	53
15. Konversi Fraksi Minyak Nilam.....	54
16. Konversi Fraksi I.....	62
17. Konversi Fraksi II	69
18. Konversi Fraksi III	74
19. Perhitungan	80

DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

Simbol/Singkatan	Arti
AQP3	<i>Aquaporin 3</i>
β -PAE	<i>Beta Patchoulene</i>
cAMP	cyclic adenosin-monophosphate
AMPK	<i>5' Adenosine Monophosphate-Activated Protein Kinase</i>
FTIR	<i>Fourier Transform Infra Red</i>
GC-MS	<i>Gas Chromatograph Mass Spectrometer</i>
IL-1 β	<i>Interleukin-1β</i>
IL-6	<i>Interleukin-6</i>
NAFLD	<i>Non-Alcoholic Fatty Liver Disease</i>
PA	<i>Patchouli Alcohol</i>
PC	<i>Pogostemon Cablin</i>
PO	<i>Patchouli Oil</i>
TNF- α	<i>Tumor Necrosis Factor-Alpha</i>

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak atsiri yang disebut juga minyak esteris atau minyak terbang banyak diperlukan dalam kehidupan sehari-hari, digunakan sebagai bahan pengharum atau pewangi pada makanan, sabun, pasta gigi, wangi-wangian, dan obat-obatan (Bulan, 2000; Idris dkk., 2014). Minyak atsiri terdiri dari campuran kompleks fitokimia termasuk monoterpen, seskuiterpen, dan fenilpropanoid. Baik monoterpen dan seskuiterpen menawarkan berbagai macam struktur melalui penggabungan dengan kelompok fungsional aktif biologis lainnya (monoterpen), dan penataan ulang kimiawi dan penambahan kelompok oksigen (seskuiterpen). Terpen juga bisa asiklik, monosiklik, atau bisiklik dan mungkin mengandung gugus aromatik (Saad dkk., 2013). Semakin panjang rantai isoprena, semakin banyak variasi kimianya (Shabaan dkk., 2012).

Penelitian tentang minyak atsiri dalam bidang kesehatan telah banyak dilakukan dengan berbagai bioaktivitas yang ditemukan seperti sebagai antioksidan (Martinez dkk., 2018), memiliki efek antiparasitik (Fang dkk., 2016), sebagai anti inflamasi (Sugihartini dkk., 2018), sebagai antifungi (Alfauziah dan Budiman, 2016), memiliki efek antimikroba pada bakteri dan jamur pathogen (Chand dkk., 2017), minyak atsiri juga terbukti aktif melawan berbagai macam virus, seperti virus influenza, virus herpes manusia, virus imunodefisiensi manusia, virus demam kuning, dan flu burung (Ma dan Yao, 2020). Minyak atsiri digunakan dengan kombinasi dalam terapi konvensional pengobatan kanker (Yang dkk., 2017)

seperti sel kanker usus besar (Asif dkk., 2016). Salah satu tanaman penghasil minyak atsiri yaitu tanaman nilam (Sariadi, 2012).

Minyak atsiri dari tanaman nilam biasa dikenal minyak nilam, minyak ini diperoleh dari penyulingan akar, batang, dan daun tanaman nilam (Nurjannah dkk., 2107). Minyak nilam banyak dimanfaatkan sebagai antiinflamasi (Li dkk., 2011), antidepresan (Cahyono dkk., 2019; Karim dkk., 2018), antiseptik (Nidha dkk., 2017) dan antikanker (Chien dkk., 2020). Komponen kimia yang berhasil dianalisis sebagai lima komponen terbesar pada minyak nilam seperti patchouli alkohol (PA) sebesar 22,7%, δ -guaiene 18,9%, α -guaiene 18,61%, azulene 8,74%, dan trans-caryophyllene 7,96% (Souhoka dkk., 2020). Analisis komponen kimia minyak nilam juga telah dilakukan oleh Yadav dkk (2017) dengan perolehan PA sebesar 32,54%, bulnesene 13,16%, α -guaiene 9,95%, seychellene 7,14%, dan α -patchoulene 7,08%. Salah satu daerah penghasil minyak nilam adalah Kabupaten Luwu Utara. Minyak nilam ini hanya dijadikan sebagai komoditas ekspor dan belum ada analisis komponen untuk menentukan kualitasnya. Selain analisis lima komponen tersebut, terdapat beta patchoulene (β -PAE) sebagai komponen minor dalam minyak nilam (Yang dkk., 2013).

Senyawa β -PAE juga merupakan salah satu komponen aktif minyak nilam yang telah banyak diteliti manfaatnya dalam bidang ilmu kesehatan. Meskipun senyawa β -PAE merupakan minor produk dalam minyak nilam dengan presentasi yang sangat rendah namun memiliki banyak manfaat yang dapat digunakan. Senyawa β -PAE berfungsi sebagai anti-inflamasi (Zhang dkk., 2016), anti-oksidatif pada berbagai penyakit (Yang dkk., 2017), dan anti-maag (Liu dkk., 2017). β -PAE yang terdapat dalam minyak nilam mempunyai aktivitas antibakteri yang kuat

terhadap bakteri *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Bacillus proteus*, *Shigella dysenteriae*, *Typhoid bacillus*, dan *Staphylococcus aureus* (Wardhani dan Supartono, 2015). β -PAE secara nyata menghambat peningkatan sekresi *tumor necrosis factor-Alpha* (TNF- α), *interleukin-1 β* (IL-1 β), *interleukin-6* (IL-6) dan mencegah peningkatan aktivitas *myeloperoxidase* serta kadar malondialdehid di paru-paru, senyawa yang digunakan sebagai prekursor untuk penghambatan penyakit pada lambung adalah PA yang kemudian dengan bantuan HCl pada lambung dikonversi menjadi β -PAE, sehingga yang dianggap sebagai senyawa aktif yang digunakan dalam proses penghambatan tersebut adalah β -PAE (Liu dkk., 2017; Chen dkk., 2017). Penelitian terbaru memperlihatkan bahwa β -PAE bersifat neuroprotektif pada penyakit stroke iskemik (Zhang dkk., 2019) dan sebagai agen terapeutik untuk cedera hati hipoksik (Tao dkk., 2022).

Persentase β -PAE yang rendah dalam minyak nilam, mendorong diperlukannya upaya untuk memperoleh β -PAE dari senyawa yang memiliki kadar yang dominan dalam minyak nilam seperti senyawa PA. Secara sintesis, β -PAE dapat diperoleh dari bahan baku PA. Konversi PA menjadi β -PAE telah dilakukan Liu dkk (2017) melalui pengadukan PA dengan katalis HCl dalam pelarut etanol. Reaksi ini memberikan rendemen senyawa β -PAE sebesar 60,58%. Rendemen reaksi konversi yang dilakukan oleh Liu dkk (2017) tersebut nampak masih rendah dan masih memungkinkan untuk ditingkatkan melalui penggunaan katalis yang tepat. Reaksi konversi PA menjadi β -PAE merupakan reaksi dehidrasi, subset dari reaksi eliminasi, sehingga memungkinkan penggunaan katalis lain yang dapat digunakan untuk reaksi eliminasi. Penelitian terbaru mengenai konversi PA menjadi β -PAE telah dilakukan dengan menggunakan katalis asam sulfat (H₂SO₄) diperoleh senyawa β -PAE dengan rendemen sebesar 89,61% (Rifai dkk., 2019).

Perolehan β -PAE yang tinggi didapatkan dari senyawa PA dengan kadar yang tinggi, untuk itu diperlukan peningkatan kadar PA. Peningkatan kadar PA dilakukan dengan cara distilasi fraksinasi yang dapat memisahkan komponen berdasarkan perbedaan titik didih dan berat molekul dari masing-masing komponennya. Pada proses destilasi fraksinasi, tekanan yang digunakan menjadi salah satu faktor penting dalam proses pemisahan komponen minyak nilam selain dari suhu, rasio refluks, dan kolom fraksinasi (Hashilah, 2017). Distilasi fraksinasi dengan penggunaan tekanan dikenal dengan istilah distilasi fraksinasi vakum (Aisyah dkk., 2013). Penentuan penggunaan tekanan mampu mempengaruhi kualitas dari destilat yang dihasilkan (Arpima dkk., 2020).

Keberadaan komponen lain dalam fraksi saat proses konversi PA menjadi β -PAE dapat mempengaruhi proses reaksi, sehingga perlu dilakukan perbandingan komponen dalam fraksi-fraksi minyak nilam yang diperoleh sebelum dan setelah konversi untuk mengetahui pengaruh komponen lain selama proses reaksi. Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini memberikan informasi mengenai rendemen konversi PA menjadi β -PAE dari minyak nilam Kabupaten Luwu Utara dan tiap fraksi perolehan dengan menggunakan katalis H_2SO_4 dalam pelarut etanol, serta komponen kimia tiap fraksi sebelum dan setelah reaksi konversi.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. berapakah kandungan PA dan β -PAE minyak nilam asal Kabupaten Luwu Utara?
2. berapa persentase kandungan PA dan β -PAE hasil fraksinasi minyak nilam?
3. fraksi mana yang memberikan rendemen reaksi tertinggi konversi PA menjadi β -PAE?
4. apakah komponen lain dalam fraksi mempengaruhi konversi PA menjadi β -PAE?

1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian

1.3.1 Maksud Penelitian

Maksud dari penelitian ini untuk mengetahui kadar β -PAE dari Konversi PA menggunakan katalis H_2SO_4 .

1.3.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. menentukan kandungan PA dan β -PAE dalam sampel minyak nilam asal Kabupaten Luwu Utara.
2. menentukan persentase kandungan PA dan β -PAE hasil fraksinasi minyak nilam .
3. melakukan reaksi konversi PA menjadi β -PAE dan menentukan rendemen reaksinya.
4. menentukan pengaruh komponen lain pada konversi PA menjadi β -PAE.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah diharapkan dapat memberikan informasi tentang komponen kimia dalam sampel minyak nilam asal Kabupaten Luwu Utara serta metode konversi PA menjadi β -PAE.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Nilam

Pogostemon cablin (CB) merupakan famili Lamiaceae yang menghasilkan aroma khas yang dikenal dengan minyak nilam (*patchouli oil*) dan digunakan dalam produksi parfum dan sebagai aroma terapi. Aroma yang dihasilkan tumbuhan ini berhubungan dengan kandungan metabolit sekunder yang mudah menguap (Silalahi, 2019).

Dalam sistematika (taksonomi) tumbuhan kedudukan tanaman nilam diklasifikasikan sebagai berikut (Swamy dan Sinniah, 2016):

Kingdom : Plantae
Divisi : Magnoliophyta
Kelas : Magnoliopsida
Ordo : Lamiales
Famili : Lamiaceae
Genus : *Pogostemon*
Spesies : *Cablin*

Nilam (*Pogostemon cablin Benth*) merupakan salah satu tanaman penghasil minyak atsiri yang dikenal sebagai minyak nilam (*patchouli oil*). Minyak nilam digunakan di dalam industri parfum, aromaterapi, dupa, perasa, kosmetik, obat-obatan, dan farmasi industri (Ramya dkk., 2013). Permintaan minyak nilam di Indonesia terus meningkat, seiring dengan semakin tingginya permintaan minyak nilam di pasar dunia, terutama permintaan dari industri parfum global. Disamping

itu, prospek pasar minyak nilam di dalam negeri juga semakin membaik, dengan semakin tumbuh dan berkembangnya penggunaan parfum dan produk farmasi dari bahan baku alami, seperti minyak nilam yang memiliki fungsi penting sebagai bahan pengikat aroma (Mukhtar dkk., 2020). Tanaman nilam dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Tanaman Nilam (Haryudin dan Suhesti, 2014)

Indonesia adalah salah satu negara penghasil minyak nilam terbesar di dunia dengan produksi mencapai 800 ton/tahun. Hal ini berarti bahwa Indonesia memasok 75% kebutuhan minyak nilam dunia (Kusuma dan Mahfud, 2017). Menurut Ditjenbun (2011), budidaya nilam oleh petani Indonesia meliputi luas wilayah 24,718 ha dengan daerah penyebaran di beberapa provinsi yaitu Aceh, Sumatera Utara, Sumatera Barat, Riau, Kepulauan Riau, Sumatera Selatan, Bangka Belitung, Jawa Barat, Jawa Tengah, Jawa Timur, Bali, Nusa Tenggara Timur, Kalimantan Selatan, Kalimantan Timur, Sulawesi Selatan, dan Sulawesi Tengah.

Di Indonesia terdapat tiga jenis nilam, yaitu *Pogostemon cablin Benth* (nilam aceh), *Pogostemon heyneanus Benth* (nilam jawa), dan *Pogostemon hortensis Becker* (nilam sabun). Ketiga jenis nilam ini dapat dibedakan menurut karakter morfologinya, kandungan patchouli alkohol, dan kualitas minyak, serta ketahanan

terhadap cekaman biotik dan abiotik (Lestari dkk., 2020). Beberapa hal yang dapat dijadikan solusi untuk meningkatkan kualitas minyak nilam, antara lain adalah proses pembudidayaan tanaman nilam, teknik distilasi, dan peralatan yang digunakan, perlakuan bahan baku, serta proses pemurnian minyak nilam. Pemurnian merupakan suatu proses untuk meningkatkan kualitas suatu bahan agar mempunyai nilai jual yang lebih tinggi. Beberapa metode pemurnian minyak atsiri yang dikenal adalah pemurnian secara kimia, pemurnian secara fisika, ataupun kedua-duanya. Proses pemurnian secara fisika bisa dilakukan dengan mendistilasi ulang minyak atsiri yang dihasilkan dan distilasi fraksinasi dengan pengurangan tekanan (Harunsiyah, 2011).

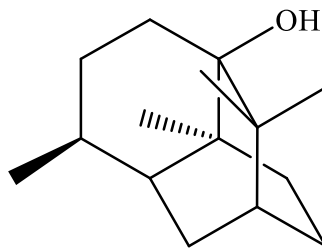
Tabel 1. Spesifikasi syarat mutu PO (SNI 06-2385-2006)

Jenis Uji	Persyaratan
Warna	Kuning muda sampai kemerahan
Berat Jenis 25 °C	0,945-0,975
Indeks Bias (25 °C)	1,507-1,515
Kelarutan dalam etanol 90% pada suhu 20 °C ± 3 °C	Larutan (jernih) atau opalesensi ringan dalam perbandingan
Putaran Optik	(-48)-(-65)
Bilangan Asam	Maks. 8,0
Bilangan Ester	Maks. 20,0
Patchouli Alkohol (C ₁₅ H ₂₆ O)	Min. 30%
Alpha Copaene (C ₁₅ H ₂₄)	Maks. 0,5%
Kandungan Besi	25 mg/kg

2.2 Patchouli Alkohol (PA)

Patchouli Alkohol (PA) merupakan seskuiterpen trisiklik yang dapat diisolasi tanaman nilam (Jain dkk., 2020), dengan karakteristik seperti pada Tabel 2 dan merupakan bahan aktif utama tanaman nilam yang biasanya mewakili

30% hingga 40% dari total massa senyawa dalam minyak nilam. Oleh karena itu, kadar PA digunakan sebagai indikator dalam pengkajian kualitas tanaman nilam dan minyak nilam. Senyawa PA tidak larut dalam air tapi larut dalam pelarut non-polar seperti alkohol, eter, kloroform, dan pelarut organik lainnya (Rifai, 2020). PA telah banyak digunakan dalam industri parfum karena aroma yang khas (Su dkk., 2014). PA juga memiliki beberapa aktivitas farmakologis yang menarik, seperti anti muntah, dan anti virus influenza. Penelitian terbaru juga mendemonstrasikan efektivitas PA sebagai agen anti-inflamasi secara *in vivo* dan *in vitro* (Liao dkk., 2013). Oleh karena itu, berbagai metode telah dilakukan untuk peningkatan kadar PA. Adapun struktur PA dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur molekul PA (Leong dkk., 2019)

Metode distilasi uap mampu meningkatkan kadar patchouli alkohol minyak nilam pada distilat sebesar 29,32%, sedangkan metode distilasi aerasi mampu meningkatkan kadar patchouli alkohol minyak nilam pada distilat sebesar 46,79%. Kadar PA seperti dalam kedua distilat ini belum cukup untuk mengkristalkan PA. Metode fraksinasi vakum mampu menghasilkan fraksi dengan kadar PA sebesar 60,29%, 76,57%, dan 74,09%. Distilat-distilat tersebut memberikan kristal PA berwarna putih dengan melting point 56 °C (Yudistira dkk., 2009). Menurut Widiyanto dan Nugroho (2010), distilat minyak nilam yang dapat menghasilkan kristal PA adalah distilat dengan kadar PA lebih dari 50%.

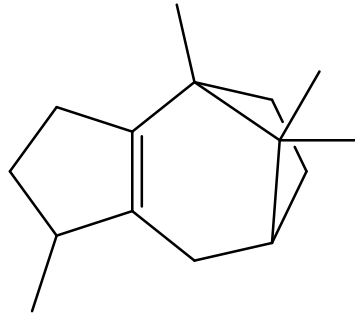
Distilasi fraksinasi umumnya digunakan di beberapa industri untuk pemurnian produk dengan kisaran fraksi yang lebar dan memperbaiki bahan baku supaya dapat digunakan kembali (Silviana dan Purbasari, 2006). Faktor yang paling penting dalam melakukan distilasi fraksinasi yang efektif adalah kontak antara fase cair dan uap di dalam kolom, gradien temperatur pada kolom panjang, serta perbedaan titik didih dari komponen yang terdapat pada campuran (Gilbert dan Renshaw, 2011). Sedangkan, variabel yang mempengaruhi proses distilasi fraksinasi adalah *run type*, tekanan, suhu awal, waktu kesetimbangan, fraksi suhu awal, dan suhu fraksi akhir, rentang suhu tiap fraksi dan suhu kondensor tiap fraksi (Lestari dkk., 2020).

Tabel 2. Karakteristik Patchouli Alkohol (Raharjo dkk., 2012)

Rumus Molekul	C ₁₅ H ₂₆ O
Massa Molekul	222,36
Berat Jenis	1,0284 g/mL
Titik Leleh	56 °C
Titik Didih	287-288 °C
Indeks Bias	1,5029

2.3 Beta Patchoulene

Senyawa β -PAE merupakan senyawa sesquiterpene trisiklik yang diperoleh dari minyak atsiri dedaunan dan batang tanaman nilam (Wu dkk., 2017). β -PAE memiliki rumus formula C₁₅H₂₄ dengan nama lain 1,4,9,9-tetramethyl-1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-4,7-methanoazulene. Struktur senyawa β -PAE terdiri atas dua siklik yaitu sikloheptana dan siklopentana dengan berat molekul 204,351 g/mol (EC Number 208-182-5). Adapun struktur β -PAE dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur β -PAE (Liu dkk., 2017)

Beta-patchoulene (β -PAE) dapat dikonversi dari PA dalam kondisi asam. Selain itu, β -PAE secara signifikan lebih baik daripada PA saat mengurangi area tukak lambung. Hal ini menunjukkan bahwa β -PAE memiliki khasiat terapi potensial untuk pengobatan anti-ulser (Liu dkk., 2017). Selain itu, β -PAE secara signifikan memulihkan mukositis usus biasanya sebagai efek samping pengobatan kemoterapi dan radioterapi untuk kanker, memulihkan viabilitas sel, memperbaiki gejala diare patologis, memiliki efek luar biasa dalam menghambat akuaporin 3 (AQP3) yang abnormal melalui protein pengikat elemen *cyclic adenosin-monophosphate* (cAMP)/protein kinase A, memiliki efek menekan peradangan, dan memulihkan penghalang lendir, serta memperkuat regulasi transportasi air.

Beta Patchoulene pada *non-alcoholic fatty liver disease* (NAFLD) atau biasa dikenal penyakit hati berlemak non alkohol memberikan efek positif yang dimediasi melalui peningkatan metabolisme lemak hati dengan mengaktifkan jalur pensinyalan *5'-adenosine monophosphate-activated protein kinase* (AMPK), termasuk dalam penghambatan sintesis lemak dan regulasi oksidasi lemak, hal ini menunjukkan bahwa β -PAE memiliki potensi yang signifikan dalam pencegahan NAFLD (Xu dkk., 2021). Beta patchoulene juga memiliki efek farmakologis pada kolitis ulseratif dan cedera hati sekunder dengan menurunkan tingkat biomarker

dari paparan endotoksin dan peradangan hati terutama dikontribusikan dengan menekan kebocoran kolon (Liu dkk.,2020). Beta Patchoulene juga secara drastis mengurangi kelimpahan dari bakteri patogen seperti *Sutterlla spp*, *Fusobacterium mortiferum*, dan *Helicobacter spp* (Leong dkk., 2019). β -patchoulene menunjukkan aktivitas anti-herbivora dalam meningkatkan ketahanan tanaman *Arabidopsis* dengan cara mengusir ulat grayak (Pu dkk., 2019).

2.4 Metode-Metode Reaksi Dehidrasi

2.4.1 Reaksi Alkohol menjadi Eter

Reaksi alkohol menjadi eter atau reaksi eterifikasi merupakan reaksi pembentukan senyawa eter yang dibuat dari dehidrasi alkohol. Pembentukan senyawa eter dengan dehidrasi alkohol merupakan substitusi nukleofilik dimana alkohol memainkan dua peran yakni alkohol yang terprotonasi merupakan substrat dan molekul alkohol kedua merupakan nukleofil. Reaksi eterifikasi dapat terjadi pada PA dengan direaksikan dengan berbagai alkohol dan campurannya antara lain metanol, metanol-etanol, dan metanol-isopropanol dengan katalis BF_3 (Afriyana, 2018).

2.4.2 Reaksi Alkohol menjadi Alkena

Reaksi dehidrasi alkohol menjadi alkena berlangsung melalui aktivasi dari bagian alkohol menggunakan katalis ke spesi nukleofil diikuti proses eliminasi molekul air (Hjerrild dkk., 2020). Reaksi dehidrasi terjadi pada PA dengan dikatalisi asam melepaskan molekul air, kemudian terjadi penataan ulang membentuk β -PAE (Liu dkk., 2017).

2.4.3 Reaksi Amida menjadi Nitril

Amida merupakan gugus fungsi organik yang memiliki gugus karbonil yang berasosiasi dengan atom nitrogen. Patchouli acetamide adalah salah satu senyawa dengan gugus amida yang diperoleh dari konversi senyawa pada minyak nilam (Nisyak dkk., 2013). Senyawa amida dapat dikonversi menjadi nitril melalui reaksi dehidrasi. Agen dehidrasi yang dapat digunakan untuk mengonversi amida menjadi nitril seperti P_2O_5 , $POCl_3$, $SOCl_2$, $TiCl_4$ dan $NaBH_4$ (Bhattacharyya dkk., 2012).

2.5 Metode Konversi PA menjadi β -PAE

Senyawa PA merupakan senyawa alkohol yang terkandung dalam minyak nilam. Senyawa PA dapat digunakan untuk konversi senyawa β -PAE. Konversi senyawa PA menjadi β -PAE dengan menggunakan katalis HCl menghasilkan rendemen 60,58% (Liu dkk., 2017). Selain itu, katalis H_2SO_4 juga dapat digunakan untuk konversi PA dengan rendemen 89,43% atau menggunakan katalis $ZnCl_2$ dengan rendemen sebesar 15,09% (Rifai dkk., 2019).