

ISOLASI PATCHOULI ALKOHOL DARI MINYAK NILAM UNTUK BAHAN REFERENSI PENGUJIAN DALAM ANALISIS MUTU

Ma'mun¹ dan Adhi Maryadhi²

1) Balai Penelitian Tanaman Obat dan Aromatik

2) Pusat Penelitian Sistem Mutu dan Teknologi Pengujian LIPI

ABSTRAK

Patchouli alkohol merupakan komponen utama minyak nilam yang jumlahnya dalam minyak menentukan tingkat mutu dan harga minyak nilam. Metode yang direkomendasikan oleh ISO 3757/2002 adalah metode kromatografi gas, dan untuk itu diperlukan tersedianya senyawa patchouli alkohol murni sebagai standar atau bahan acuan (*Reference material*) pada pengujian mutu minyak nilam. Akan tetapi, senyawa autentik patchouli alkohol murni sulit diperoleh, bahkan hingga saat ini belum ada dalam perdagangan bahan-bahan kimia standar (*fine chemicals*). Berdasarkan hal tersebut maka penelitian untuk pembuatan standar minyak nilam sebagai bahan acuan pengujian laboratorium di Indonesia perlu dilakukan. Pembuatan bahan standar patchouli alkohol dilakukan dengan cara mengisolasi patchouli alkohol yang terdapat dalam minyak nilam dengan menggunakan metode destilasi vakum bertingkat. Hasil isolasi diuji dengan kromatografi gas dan kromatografi gas-spektrometri massa. Hasil penelitian diperoleh kadar patchouli alkohol sebesar 91,5% dengan rendemen 1%. Hasil pengujian waktu retensi menunjukkan semua hasil fraksinasi (isolasi) memiliki waktu retensi yang sama pada berbagai kadar yang berbeda (mempunyai keberuntungan yang tinggi). Hal ini menunjukkan *patchouli* alkohol memiliki kekhasan untuk dijadikan bahan acuan standar.

Kata kunci : Minyak nilam, isolasi, patchouli alkohol

ABSTRACT

Isolation of Patchouly Alcohol From Patchouly Oil For The Reference Material in Testing Quality

Patchouly alcohol is the main component in patchouly oil, and its quantity influences to the quality and price of patchouly oil in

trade. Chromatography gas is the standard method recommended by ISO 3757/2002 for testing the quality of patchouly oil. This method requires the original compound of pure patchouly alcohol as the reference material. However the authentic compound of pure patchouly alcohol is not yet available in the chemical trade. Therefore, research should be focused on determining a patchouly oil standard as laboratory reference testing in Indonesia. The experiment of isolation patchouly alcohol from patchouly oil was conducted using vacuum fraction distillation method. The isolated patchouly alcohol was identified by gas chromatography-mass spectrometry method. The isolation gave 1% yield of patchouly alcohol, and the purity of isolated patchouly alcohol was 91.5%. The retention time of all isolated fractions have the reproducibility, an important factor as reference material.

Keywords : Patchouly oil, isolation, patchouly alcohol

PENDAHULUAN

Industri minyak nilam merupakan penyumbang devisa terbesar di antara ekspor minyak atsiri yang dihasilkan Indonesia. Indonesia mengekspor tidak kurang dari 1200 ton minyak nilam pertahun dengan nilai ekspor ± US \$ 25 juta (60% dari total ekspor minyak atsiri Indonesia) (BPS, 2005).

Salah satu kendala yang dihadapi oleh industri nilam di Indonesia adalah mutu, karena minyak nilam dari Indonesia sering dicampur dengan minyak nabati atau minyak keruing atau minyak lain. Hal tersebut mengakibatkan minyak nilam dari Indonesia dihargai lebih murah dibanding-

kan minyak nilam yang dihasilkan dari negara lain seperti India misalnya. Untuk mencegah terjadinya pemalsuan diperlukan upaya dari berbagai pihak. Salah satu upaya yang dapat dilakukan adalah meningkatkan kemampuan laboratorium pengujian atsiri di Indonesia. Salah satu persyaratan bagi laboratorium pengujian adalah tersedianya bahan acuan (*reference material*). Pada kenyataannya bahan acuan untuk pengujian minyak nilam (patchouli alkohol) sulit diperoleh. Akan tetapi, senyawa autentik patchouli alkohol murni sulit diperoleh, bahkan hingga saat ini belum ada dalam perdagangan bahan-bahan kimia standar atau *fine chemicals* (Merck, 2005; Sigma, 2005; TCI, 2005). Berdasarkan pertimbangan tersebut, telah dilakukan penelitian pembuatan bahan acuan patchouli alkohol dengan cara mengisolasi patchouli alkohol tersebut dari minyak nilam.

Penelitian ini diharapkan sebagai langkah awal untuk menghasilkan bahan acuan standar minyak nilam di Indonesia guna meningkatkan kemampuan laboratorium pengujian minyak nilam. Semakin banyaknya laboratorium yang mampu dalam pengujian minyak nilam diharapkan dapat mengurangi pemalsuan dan juga dapat memberi jaminan mutu dalam perdagangan minyak nilam Indonesia.

Pembuatan atau isolasi patchouli alkohol dari minyak nilam pernah dilakukan oleh Hernani dan Wijaya (2002) dengan cara ekstraksi, menggunakan pelarut organik, kemurnian hasil isolasi yang diperoleh sebesar 82,1%. Disamping itu, Yanyan *et al.* (2004) sudah melakukan penelitian isolasi patchouli alkohol dari minyak nilam

melalui tiga tahapan yaitu metode destilasi terfraksi dengan tekanan rendah, dilanjutkan dengan ekstraksi dengan larutan NaOH 1 M, kemudian metode kromatografi cair vakum. Tahapan metode tersebut dapat meningkatkan kadar patchouli alkohol dari 35,77% menjadi 75,1%. Pada penelitian ini, pembuatan bahan acuan standar dilakukan dengan cara mengisolasi patchouli alkohol dari minyak nilam dengan menggunakan fraksinasi vakum bertingkat. Pemisahan komponen-komponen yang terdapat dalam minyak dilakukan berdasarkan perbedaan titik didihnya dengan menggunakan fraksinasi vakum (Hafrizal, 2002). Patchouli alkohol yang dihasilkan kemudian di uji dengan GC-MS.

METODE PENELITIAN

Penelitian dilakukan di Laboratorium Pengujian Balai Penelitian Tanaman Obat dan Aromatik, sejak Juli sampai dengan September 2007. Isolasi patchouli alkohol dari minyak nilam dilakukan dengan menggunakan metode penyulingan vakum fraksinasi, dengan kondisi operasi sebagai berikut :

1. Tekanan : 0 cmHg
2. Temperatur : 150 – 180 °C
3. Packing kolom : Tabung kaca 1 x 1 cm
4. Pengambilan hasil : dipisahkan fraksinasi tiap 100 ml.
5. Refluks Ratio : 1:5

Minyak hasil fraksinasi, dianalisis kadar *patchouli* alkoholnya menggunakan GC Agilent-6980 yang dilengkapi detektor FID, kolom silica kapiler panjang 30 m, diameter 0,25 mm, fasa diam carbowax 20M, gas

carier helium (1 ml/menit), program suhu 60 – 200° C (3° C per menit) dan Split Ratio 1/100.

Proses fraksinasi dilakukan dengan mengatur refluks rasio 1 : 5, dimana 1 bagian minyak dipisahkan dan 5 bagian minyak dikembalikan pada kolom distilasi (Sulaswaty, 2002). Setiap 1 liter sampel dipisahkan ke dalam 10 buah botol penampungan distilat dengan kapasitas masing-masing 100 ml. Botol 8 – 9 kemudian dicampur kembali untuk kemudian dilakukan redistilasi hingga 3 kali. Botol hasil redistilasi tahap 3 yang kemudian dilakukan pengujian lebih intensif karena memiliki kadar patchouli alkohol yang paling tinggi. Pengujian dilanjutkan dengan menggunakan metode GC-MS untuk mengetahui kemurnian hasil isolasi tersebut dan hasil pemurnian di-

bandingkan dengan *database* yang terdapat pada GC-MS merk Hewlett Packard 5890 series.

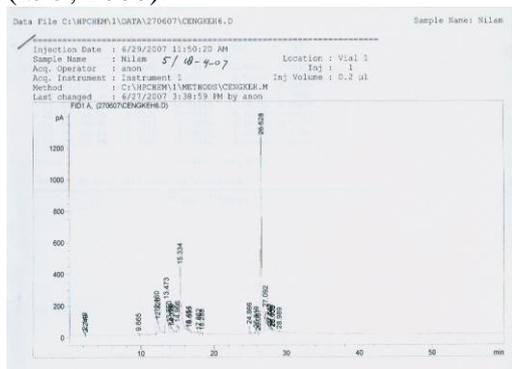
HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil isolasi patchouli alkohol dan analisis gas kromatografi dinyatakan dalam 2 parameter, yaitu waktu retensi (menit) dan konsentrasi (%). Waktu retensi merupakan angka spesifik dari masa interaksi antara molekul senyawa didalam kolom kromatografi. Angka tersebut merupakan indikator kualitatif dari senyawa tersebut pada kondisi tertentu. Konsentrasi menunjukkan tingkat kemurnian dari cuplikan yang dianalisis. Hasil analisis fraksi-fraksi patchouli alkohol ditampilkan pada Tabel 1.

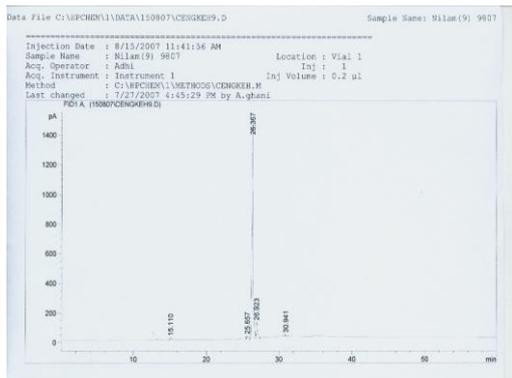
Tabel 1. Fraksi-fraksi patchouli alkohol
Table 1. Fractions of patchouly alcohol

Nomor Fraksi/ <i>Fractions</i>	Waktu retensi (menit) <i>Retention time (minutes)</i>	Patchouli alkohol, % <i>Patchouly alcohol. %</i>
Nilam awal/ <i>Patchouly oil</i>	26,31	30,35
Fraksi/ <i>fraction 1</i>	26,57	58,50
Fraksi/ <i>fraction 2</i>	26,53	49,15
Fraksi/ <i>fraction 3</i>	26,53	71,43
Fraksi/ <i>fraction 4</i>	26,54	84,32
Fraksi/ <i>fraction 5</i>	26,57	85,24
Fraksi/ <i>fraction 6</i>	26,57	84,69
Fraksi/ <i>fraction 7</i>	26,34	81,06
Fraksi/ <i>fraction 8</i>	26,31	88,50
Fraksi/ <i>fraction 9</i>	26,37	91,54
Fraksi/ <i>fraction 10</i>	26,38	88,74
Fraksi/ <i>fraction 11</i>	26,40	88,20
Nilai rata-rata, waktu retensi/ <i>Average of retention time</i>		: 26,47
Nilai tengah, waktu retensi/ <i>Medium of retention time</i>		: 26,53
Nilai maksimum, waktu retensi/ <i>Maximum of retention time</i>		: 26,57
Nilai minimum, waktu retensi/ <i>Minimum of retention time</i>		: 26,31
Standar Deviasi, waktu retensi/ <i>Deviation standar of retention time</i>		: 0,105098

Hasil analisis statistik menunjukkan bahwa waktu retensi dari patchouli alkohol mendekati nilai tengah (divergen). Artinya pada kondisi operasi yang sama, waktu retensi dari patchouli alkohol memiliki nilai keberulangan (reproducibility) yang baik. Kondisi ini sesuai dengan salahsatu persyaratan dari standar internasional (ISO, 2000).



Gambar 1. Hasil analisis GC minyak nilam awal (20 puncak)
Figure 1. GC analysis of patchouly oil (20 peaks)



Gambar 2. Analisis GC hasil isolasi, kadar patchouli alkohol 91,5 % (5 puncak)
Figure 2. GC analysis of patchouly alcohol isolated 91.5% (5 peaks)

Fraksi akhir minyak nilam yang mempunyai kandungan patchouli alkohol 91,5% memiliki kromatogram dengan puncak yang lebih sedikit (5 puncak) (Gambar 2). Sedangkan minyak nilam awal dengan kadar patchouli alkohol 30,35% memiliki 20 puncak (Gambar 1). Hal tersebut menunjukkan bahwasanya minyak nilam dengan kandungan patchouli alkohol 91,5% memiliki kemungkinan untuk dijadikan bahan acuan standar karena relatif memiliki komponen lain sedikit.

Puncak patchouli alkohol dalam kromatogram minyak nilam terletak pada akhir kromatogram. Hal ini menunjukkan bahwa patchouli alkohol merupakan komponen yang memiliki titik didih relatif tinggi dalam minyak nilam selain senyawa golongan terpen. Titik didih yang relatif tinggi tersebut dapat menerangkan mengapa minyak nilam memiliki sifat fixatif, yaitu sebagai pengikat senyawa atsiri lainnya, sehingga titik didih senyawa atsiri yang relatif rendah jika dicampur dengan minyak nilam akan menaikkan titik didih campurannya. Tingginya titik didih campuran ini membuat aroma pada minyak atsiri yang dicampurkan tidak mudah menguap. Sifat inilah yang merupakan sifat unik dari minyak nilam, sehingga dapat digunakan sebagai pengikat bau (aroma) pada produk-produk parfum atau kosmetik.

Berdasarkan hasil kromatogram patchouli alkohol kadar 91,5% pada waktu retensi 26,5, maka kita bisa melihat puncak yang terjadi tidak pecah. Ini menunjukkan juga bahwasanya pada temperatur operasi GC antara 150 – 200°C dan tekanan 0 mmHg patchouli

alkohol tidak terurai dengan memiliki puncak menyatu. Puncak yang tidak terpecah pada kondisi pengujian GC dan proses fraksinasi vakum 3 tahap menunjukkan komponen patchouli alkohol dalam minyak nilam relatif stabil. Atas dasar asumsi tersebut Patchouli alkohol memiliki kestabilan yang relatif baik. Homogenitas pada bahan acuan yang dihasilkan diuji dengan cara memisahkan bahan acuan tersebut kedalam sepuluh botol berbeda dan diuji dengan alat GC pada kondisi operasi yang sama. Hasil pengujian pada 3 botol secara random sampling menunjukkan kadar patchouli alkohol memiliki kadar patchouli alkohol yang sama, artinya bahan acuan yang dihasilkan relatif stabil.

Guna lebih meyakinkan minyak nilam dengan kadar patchouli alkohol 91,5% ini juga diuji dengan GC-MS. Patchouli alkohol yang dihasilkan kemudian di uji dengan GC-MS dan hasil pengujian dibandingkan dengan database yang terdapat pada GC-MS (Hewlett Packard 5890 series). Hasil pengujian menunjukkan bahwa komponen terbesar pada sampel yang diuji mengandung senyawa alkohol dan memiliki rumus kimia sesuai dengan patchouli alkohol.

KESIMPULAN

Isolasi patchouli alkohol dengan cara destilasi vacum fraksinasi memberikan hasil dengan konsentrasi tertinggi 91,5%. Berdasarkan hasil uji GCMS serta reproducibilitas waktu retensinya, hasil isolasi tersebut memenuhi syarat sebagai bahan referensi untuk analisis patchouli alkohol dalam minyak nilam.

SARAN

Perlu dilakukan penelitian isolasi patchouli alkohol dengan teknik yang lebih baik sehingga diperoleh patchouli alkohol dengan kemurnian yang lebih tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Biro Pusat Statistik, 2005. BPS "Data Ekspor 2000". Jakarta. 708 hal.
- Harfizal, 2002. Jurnal Saint dan Teknologi, www.iptek.net.
- Hernani dan S.K.S. Wijaya, 2002. Isolasi patchouli alkohol dari minyak nilam. Seminar Nasional IX Persada. Bogor. 10 hal.
- International Organization for Standardization (ISO), 2000. ISO Guide 34 "General Requirements for the competence of reference material Producer 16 p.
- Merck, 2005. Catalog of Chemical materials. 1115 p.
- Sigma, 2005. Catalog of Chemical materials. 1124 p.
- Sulaswaty, A., 2002. "Proses ekstraksi dan pemurnian bahan pewangi dari tanaman Indonesia". Kimia – LIPI. Serpong, 23 hal.
- Tokyo Chemicals Industry (TCI), 2005. Catalog of Chemical material. 1215.
- Yanyan, F.N. Achmad Zainuddin dan Dadan Sumiarsa, 2004. Peningkatan kadar patchouli alkohol dalam minyak nilam dan derivatisasi komponen minornya. Edisi khusus Teknologi Pengembangan Nilam Aceh. Pusat Penelitian dan Pengembangan Perkebunan, Bogor. hal. 72-78.