

LAPORAN AKHIR
Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi



**Upaya Peningkatan Nilai Ekonomi Minyak Nilam Jawa Timur Melalui
Derivatisasi Komponen Utama Sebagai Bahan Baku Obat dan
Kosmetik**

Tahun ke 1 (satu) dari rencana 3 (tiga tahun) tahun

Dr. Edi Priyo Utomo, Drs., MS. (0027125706)
Dr. Nurdiana, dr., MS (0015105503)
Drs. Warsito, MS (0012075909)
Wa Ode Cakra Nirwana, ST., MT. (0725028202)

Dibiayai oleh :
Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi,
Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan, Melalui DIPA Universitas Brawijaya
Nomor : DIPA-023.04.2.414989/2013, Tanggal 5 Desember 2012, dan berdasarkan
SK Rektor Universitas Brawijaya Nomor : 153/SK/2013 tanggal 28 Maret 2013

UNIVERSITAS BRAWIJAYA
November, 2013

HALAMAN PENGESAHAN

Judul : Upaya Peningkatan Nilai Ekonomi Minyak Nilam Jawa Timur Melalui Derivatisasi Komponen Utama Sebagai Bahan Baku Obat dan Kosmetik

Peneliti/Pelaksana

Nama Lengkap : Dr. Drs. Edi Priyo Utomo, MS
NIDN : 0027125706
Jabatan Fungsional : Lektor Kepala
Program Studi : Kimia
Nomor HP : 08123315305
Alamat surel (e-mail) : edipu2000@yahoo.com

Nama Lengkap : Dr. Nurdiana, MS
NIDN : 0015105503
Perguruan Tinggi : Universitas Brawijaya

Nama Lengkap : Dr. Warsito, MS
NIDN : 0012075909
Perguruan Tinggi : Universitas Brawijaya

Nama Lengkap : Wa Ode Cakra Nirwana, SSI, MT
NIDN : 0725028202
Perguruan Tinggi : Universitas Brawijaya

Perguruan Tinggi : tidak ada
Institusi Mitra (jika ada)
Nama Institusi Mitra : tidak ada
Alamat : tidak ada
Penanggung Jawab : tidak ada
Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 1 (satu) dari rencana 3 (tiga) tahun
Biaya Tahun Berjalan : : Rp. 275.000.000,-
Biaya Keseluruhan : : Rp 870.000.000,-
:

Malang, 21 November 2013

Mengetahui,
Dekan/Ketua

(Prof. Dr. Marjono, MPhil)
NIP. 19641116 198803 1 004

Ketua,

(Dr. Edi Priyo Utomo, MS)
NIP. 19571227 198603 1 003

Menyetujui,
Pjs. Ketua LPPM UB

(Prof. Dr. Ir. Sili Chuzaemi, MS)
NIP. 19530514 198002 2 001

Abstrak

Upaya Peningkatan Nilai Ekonomi Minyak Nilam Jawa Timur Melalui Derivatisasi Komponen Utama Sebagai Bahan Baku Obat dan Kosmetik

Oleh :

Edi Priyo Utomo¹, Nurdiana², Warsito¹, dan Wa Ode Cakra Nirwana³

- 1. Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**
- 2. Fakultas Kedokteran Universitas Brawijaya**
- 3. Fakultas Teknik Universitas Brawijaya**

Telah dilakukan pemisahan dan pemurnian komponen-komponen minyak nilam dengan dua metoda yaitu metode ekstraksi fluida superkritik CO₂ (SCFE) dan metoda destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Penelitian SCFE dilakukan dengan memvariasi tekanan esktraktor (Pe) gas CO₂ pada 1200, 1700 dan 2200 psi dan tekanan separator (Ps) konstan pada 500 psi, sedangkan suhu pada 35°, 40° dan 45°C. Kecepatan alir gas CO₂ 5.5 ml/menit masuk kedalam chiller pada suhu 5°C. Sedangkan metoda destilasi fraksinasi pengurangan tekanan dengan variasi refluks ratio pada 10/1 dan 10/10 dan volume penampungan destilat berdasarkan %area setiap komponen dan waktu retensi pada *total ion chromatogram* (TIC) pada hasil analisis GC-MS.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa dengan metode SCFE cenderung tidak meningkatkan kandungan patchouli alcohol secara signifikan tetapi menghasilkan ekstrak-ekstrak minyak yang lebih bersih dari kontaminan yang tidak terekstrak oleh fluida CO₂. Peningkatan kadar patcholuli alcohol sebagai komponen utama efektif terjadi pada tekanan tinggi, walaupun pada tekanan ini fluida CO₂ tidak selektif lagi. Adapun metoda distilasi fraksinasi dengan pengurangan tekanan telah berhasil dipisahkan komponen-komponen minyak dalam beberapa fraksi antara lain patchoulene, guaiena dan patchouli alcohol berturut-turut dengan kadar 47%, 89% dan 98%, dengan rendemen rata-rata 7 – 10%

Kata kunci : Ekstraksi Fluida superkritik (SCFE) , destilasi fraksinasi pengurangan tekanan, minyak nilam, patchouli alcohol, patchoulen dan guaiene

Efforts to Increase Economic Value of East Java Patchouli Oil through Derivatization of Main Components For Drug and Cosmetic Raw Materials

Abstract

Separation and purification of patchouli oil components have been performed by using the method of supercritical CO₂ fluid extraction (SCFE) and fractionation distillation under reduced pressure . SCFE experiments conducted by varying the extractor pressure (Pe) of CO₂ at 1200 , 1700 and 2200 psi and separator pressure (Ps) constant at 500 psi , while the temperature at 35° , 40° and 45°C. CO₂ gas flow rate of 5.5 ml /minute put into the chiller at a temperature of 5°C . Fractionation distillation under reduced pressure with a variation of reflux ratio at 10/1 and 10/10 and time of distillate collection (fraction) at certain temperature based on % area and retention time of each component in the total ion chromatogram (TIC) on the results of the GC - MS analysis .

The results of the experiment showed that the method SCFE tend not increase significantly the content of patchouli alcohol but the extract of patchouli oil are cleaner than raw material that are not extracted by CO₂ fluid . Increased levels of patchouli alcohol as a major component patcholuli effectively occur at high pressure , although at this condition CO₂ fluid no longer selective to separate the components. The method of fractionation distillation at reduced pressure has been successfully separated oil components in several fractions , among others patchoulene , guaiene and patchouli alcohol levels at 47 % , 89 % and 98 % , respectively with an average yield of 7-10 %.

Key words ; Supercritical CO₂ Fluid Extraction, Fractionation distillation under reduced pressure, patchouli oil, patchoulene, guaiene and patchoulene.

Ringkasan

Minyak nilam mengandung merupakan minyak atsiri yang mengandung berbagai komponen terpenoid yang tekanan uapnya bervariasi. Titik didih minyak nilam yang relatif tinggi serta cenderung nonpolar maka minyak nilam ini seringkali digunakan sebagai bahan fiksatif. Adapun komponen-komponen minyak nilam dapat digunakan sebagai bahan dadast parfum, kosmetik, obatobatan dan insektisida nabati. Namun nilai ekonomi yang cukup tinggi ini tidak diolah dan dikembangkan secara optimal di Indonesia. Bahkan meskipun Indonesia merupakan pemasok utama minyak nilam dunia, justru Indonesia lebih suka mengeksport dalam bentuk minyak daripada dalam bentuk komponen-komponennya. Padahal nilai ekonomi penjualan komponen minyak nilam jauh lebih menguntungkan daripada minyak nilamnya sendiri. Hal ini disebabkan teknologi pemisahan minyak nilam di Indonesia belum dikuasai sepenuhnya, peralatan masih import dan standard operasi pemisahan komponen belum ditetapkan.

Oleh karena itu dalam penelitian ini, dilakukan pemisahan komponen-komponen minyak nilam hasil penyulingan Tim PHKI Tema C UB dengan menggunakan metoda supercritical fluide extraction dengan variasi tekanan gas CO₂ dan suhu ekstraktor. Variasi tekanan ekstraktor (Pe) gas CO₂ pada 1200, 1700 dan 2200 psi dan tekanan separator (Ps) konstan pada 500 psi, sedangkan suhu pada 35°, 40° dan 45°C. Kecepatan alir gas CO₂ 5.5 ml/menit masuk kedalam chiller pada suhu 5°C. Selanjutnya metode pemisahan ini dibandingkan efektifitas pemisahan komponen-komponen minyak dengan menggunakan metode destilasi fraksinasi pengurangan tekanan dengan variasi refluks ratio pada 10/1 dan 10/10 dan volume penampungan destilat berdasarkan %area setiap komponen dan waktu retensi pada *total ion chromatogram* (TIC) pada hasil analisis GC-MS.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa dengan metode SCFE cenderung tidak meningkatkan kandungan patchouli alcohol secara signifikan tetapi menghasilkan ekstrak-ekstrak minyak yang lebih bersih dari kontaminan yang tidak terekstrak oleh fluida CO₂. Peningkatan kadar patchoululi alcohol sebagai komponen utama efektif terjadi pada tekanan tinggi, walaupun pada tekanan ini fluida CO₂ tidak selektif lagi. Adapun metoda destilasi fraksinasi dengan pengurangan tekanan telah berhasil dipisahkan komponen-komponen minyak dalam beberapa fraksi antara lain patchoulene, guaiena dan patchouli alcohol berturut-turut dengan kadar 47%, 89% dan 98%, dengan rendemen rata-rata 7 – 10%

Summary

Patchouli oil contains a volatile oil with various terpenoids component which their vapor pressure varies. Patchouli oil boiling point is relatively high and itnonpolar, therefore the patchouli oil is often used as a fixative. The components of patchouli oil can be used as a base for perfumes, cosmetics, pharmaceuticals and plant-based insecticides. However, the economic value is not high enough and developed optimally processed in Indonesia. Even though Indonesia is the world's main supplier of patchouli oil, Indonesia prefer to export patchouli oil in the form of oil rather than in terms of components or their derivatives. Though the economic value of the individual component of patchouli oil or their derivatives is far more profitable than the oil itself. This is due to the patchouli oil separation technology in Indonesia is not yet fully mastered, the equipment is still imported and standard component separation operation has not been established.

Therefore, in this study, separation of components of patchouli oil which distilled by farmer at Kesamben district of Blitar Regency has been carried out. Fluids using supercritical extraction method with variations in pressure and temperature of CO₂ gas extractor. The extractor pressure variation (P_e) of CO₂ at 1200, 1700 and 2200 psi and separator pressure (P_s constant at 500 psi, while the temperature at 35°, 40° and 45°C. CO₂ gas flow rate of 5.5 ml / minute put into a chiller at a temperature of 5°C. Furthermore, this separation method compared the effectiveness of the separation of oil components using method of fractionation distillation under reduced pressure with a variation of reflux ratio at 10/1 and 10/10 and distillate reservoir volume by % area and retention time of each component in the total ion chromatogram (TIC) on results of GC - MS analysis.

The results showed that the method SCFE tend not increase significantly the content of patchouli alcohol but produces oil extracts are cleaner than contaminants that are not extracted by CO₂ fluid. Increased levels of alcohol as a major component patchouli effectively occur at high pressure, although at this tekakan CO₂ fluid no longer selective. The method of fractionation distillation at reduced pressure has been successfully separated oil components in several fractions, among others patchoulene, guaiena and patchouli alcohol levels in a row with 47%, 89% and 98%, with an average yield of 7-10%

DAFTAR PUSTAKA

- Arpana, J. et al., 2008. Symbiotic Response of Patchouli (*Pogostemon cablin* (Blanco) Benth. to different Arbuscular Mycorrhizal Fungi. *Advances in Environmental Biology*, 2, pp.20–24. Available at: <http://www.aensiweb.com/aeb/2008/20-24.pdf>.
- Benth, B. et al., 2009. Composition and Comparison of Essential Oils of *Pogostemon travancoricus* Bedd . var . *travancoricus*. , 21(June), pp.2008–2010.
- Bunrathep, S., Lockwood, B. & Ruangrungrasi, N., 2006. Chemical Constituents from Leaves and Cell Cultures of *Pogostemon cablin* and Use of Precursor Feeding to Improve Patchouli Alcohol Level. , 32, pp.293–296.
- Cornwell, C., 2010. Notes on the composition of patchouli oil (*Pogostemon cablin* (Blanco) Benth.). *Journal of Essential Oil Research*, 22, pp.360–364. Available at: \\Robsrv-05\reference manager\Articles\12708.pdf.
- Donelian, A., Carlsonb, L.H.C., Lopesa, T.J., Machadoa, R.A.F., 2009. *Comparison Of Extraction Of Patchouli (Pogostemon cablin) Essential Oil With Supercritical CO₂ And By Steam Distillation*, *J. Of Supercritical Fluids* 48: 15–20
- Hongratanaworakit, T., 2004. Physiological effects in aromatherapy. *October*, 26, pp.117–125.
- Hsu, H.-C. et al., 2006. Alpha-bulnesene, a novel PAF receptor antagonist isolated from *Pogostemon cablin*. *Biochemical and biophysical research communications*, 345, pp.1033–1038.
- Hu, H. et al., 2004. Study on purification technology of patchouly oil with molecular distillation. *Zhongguo Zhong yao za zhi = Zhongguo zhongyao zazhi = China journal of Chinese materia medica*, 29, pp.320–322, 379.
- Ito, K. & Ito, M., 2011. Sedative effects of vapor inhalation of the essential oil of *Microtoena patchoulii* and its related compounds. *Journal of natural medicines*, 65, pp.336–343.
- Lopez, Sandra, Lima,B., Aragon,L., Espinar,L.A., Tapla,A., Zacchino,S., Zygadio,J.,Feresin,G.E and Lopez,M.L. 2012. *Essential Oil Of Azorella Cryptantha Collected In Two Different Ocations From San Juan Province, Argentina: Chemical Variability And Anti-Insect And Antimicrobial Activities* *Chemistry And Biodiversity*. 9(8):1452-1464.
- Manoj, G., Manohar, S.H. & Murthy, H.N., 2012. Chemical constituents, antioxidant and antimicrobial activity of essential oil of *Pogostemon paniculatus* (Willd.). *Natural product research*, 26, pp.2152–4. Available at: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22132692>.

- Munir, A. & Hensel, O., 2010. Investigation of optimal thermal parameters for essential oils extraction using laboratory and solar distillation systems. *Agricultural Engineering International*, 12, pp.107–114.
- Pourmortazavi, S.M. & Hajimirsadeghi, S.S., 2007. Supercritical fluid extraction in plant essential oil and volatile oil analysis. *Journal of Chromatography A*, 1163, pp.2–24. Available at: \\Robsrv-05\reference manager\Articles\8292.pdf.
- Rabe, P. & Dickschat, J.S., 2013. Rapid chemical characterization of bacterial terpene synthases. *Angewandte Chemie (International ed. in English)*, 52, pp.1810–2. Available at: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23307484>.
- Ramya, H.G., Palanimuthu, V. & Rachna, S., 2013. An introduction to patchouli (*Pogostemon cablin* Benth .) – A medicinal and aromatic plant : It ’ s importance to mankind. , 15(2), pp.243–250.
- Spreitzer, H. et al., 1989. A study on the odour-structure relationship of patchouli compounds. In *11th International Congress of Essential Oils, Fragrances and Flavours (New Delhi, India, 1989)*. pp. 19–22. Available at: \\Robsrv-05\reference manager\Articles\14016.pdf.
- Wu, H. et al., 2011. Inhibitory effect and possible mechanism of action of patchouli alcohol against influenza A (H2N2) virus. *Molecules (Basel, Switzerland)*, 16, pp.6489–6501.
- Yang, Y. et al., 1999. Anti-emetic principles of *Pogostemon cablin*(Blanco) Benth. *Phytomedicine*, 6, pp.89–93.
- Yuan Huimin, O.S. V., 2006. Supercritical Fluid Chromatography. *Encyclopedia of Analytical Chemistry*. Available at: <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9780470027318.a5917/abstract>.