

Purification of Timor's Genoak (*Acorus calamus*) Essential Oil using Reduced Pressure Distillation

Rensy A. Henci, Theo Da Cunha, Reinner I. Lerrick*

Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknik, Universitas Nusa Cendana, Indonesia

Article Received: 28 May 2019

Article Accepted: 30 June 2019

Abstract

A research about Asaron oil purification produced over Stahl distillation has been done. This research was conducted by distillation of Genoak's roots, rhizomes and leaves whilst the purification was carried out through reduced pressure distillation. A yellowish oil was yield respectively 1,83 gram from the roots and rhizomes and 1,26 gram from leaves which then was revealed as 90,49% pure of asaron confirmed using GC-MS, ¹H-NMR and FT-IR analysis.

Keywords : Asaron, Genoak, Reduce Pressure Distillation

Abstrak

Telah dilakukan penelitian mengenai pemurnian minyak asaron hasil distilasi Stahl menggunakan distilasi pengurang tekanan. Pada penelitian ini dilakukan distilasi akar, batang dan daun genoak, kemudian minyak yang diperoleh dimurnikan dengan distilasi pengurangan tekanan. Rendemen hasil pemurnian distilasi pengurangan tekanan yang diperoleh yaitu 19,8%. Hasil analisis FTIR, NMR dan GC-MS menunjukkan bahwa minyak genoak mengandung kemurnian senyawa asaron sebesar 90,49%.

Kata Kunci : Asaron, Genoak, Distilasi pengurangan tekanan

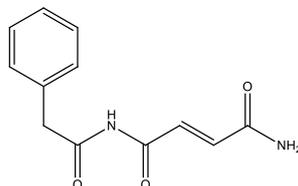
Pendahuluan

Di zaman ini resistensi antibiotik merupakan masalah serius yang menyebabkan menurunnya efektivitas pengobatan dan meningkatkan penularan infeksi bakteri sehingga dapat meningkatkan resiko kematian yang secara langsung berpengaruh pada menurunnya usia harapan hidup suatu negara. Data WHO (World Health Organization) menunjukkan angka kematian akibat resistensi sampai tahun 2013 terdapat sekitar 480 ribu kasus baru multidrug-resistant tuberculosis (MDR-TB), sehingga dengan cepatnya perkembangan dan penyebaran infeksi sehingga diperkirakan pada tahun 2050 kematian akibat bakteri resisten lebih besar dibanding kematian akibat kanker.

Penelitian tentang isolasi antibiotik telah banyak dilakukan antara lain penemuan antibiotik Anthracimycin¹, Teixobactin², Malacidin dari tanah³. Hasegawa dkk. (1975) telah melakukan isolasi senyawa aktif yang mengandung fragmen fumarat yaitu antibiotik C-9154

*Corresponding Author: Jl. Adisucipto-Penfui Kupang 85110
telp. (+62380)8037977,
e-mail: reinner_lerrick@staf.undana.ac.id

yang merupakan antibiotik berspektrum luas (Gambar 1)⁴. Antibiotik ini merupakan jenis antibiotik yang cukup potensial dan memiliki daya hambat pertumbuhan bakteri yang sebanding dengan beberapa jenis antibiotik yang lazim digunakan saat ini seperti penisilin, kemisitin, amfisilin dan eritromisin.



Gambar 1. Senyawa antibiotik C-9154

Jumina (2002) dengan melihat struktur C-9154 membuat analog sintesis turunan antibiotik C-9154 dari etil salisil fumarat dan etil furfural fumarat (Gambar 2 dan 3), etil salisil fumarat merupakan contoh turunan antibiotik C-9154 yang mengandung gugus fenol, sedangkan etil furfural fumarat menjadi contoh turunan antibiotik C-9154 yang mengikat cincin furan⁵.

Upaya sintesis analog antibiotik C-9154 (1) secara bertahap juga telah dilakukan oleh Safi'i (2010) yang telah mengoksidasi gugus alkena senyawa asaron hasil destilasi genoak menggunakan Kalium Permanganat dengan katalis Tween 80 dan diperoleh senyawa 2,4,5-trimetoksi benzaldehida dengan rendemen 27,04%⁶. Upaya optimalisasi oksidasi asaron juga dilakukan oleh Snae (2016) telah melakukan oksidasi asaron hasil destilasi Kaliraga asal Ende menggunakan oksidator $K_2Cr_2O_7$ dan menghasilkan senyawa 2,4,5-trimetoksi benzaldehida yang memiliki rendemen sebesar 50,17%⁷.

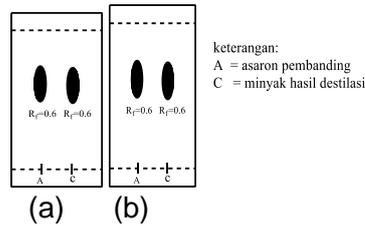
Namun demikian, belum ada penelitian perihal pemurnian minyak Genoak yang diperoleh. Penelitian-penelitian sebelumnya langsung menggunakan minyak Genoak hasil destilasi dengan kemurnian sekitar 80%. Oleh karena itu artikel ini menyajikan upaya pemurnian Minyak Genoak (*Acorus calamus*) asal pulau Timor menggunakan destilasi pengurangan tekanan dan konfirmasinya strukturnya menggunakan analisis spektroskopi ¹H-NMR, FTIR dan GC-MS.

Hasil dan Pembahasan

Destilasi genoak

Destilasi tanaman genoak dari akar, batang dan daun genoak (*Acorus calamus*) yang telah dilakukan menggunakan metode destilasi hidro (Stahl). Minyak asaron yang dihasilkan berwarna coklat, dari 50 gram sampel akar dan batang genoak diperoleh 1,83 gram minyak (rendemen sebesar 3,66%) sedangkan dari 80 gram sampel daun diperoleh 1,26 gram

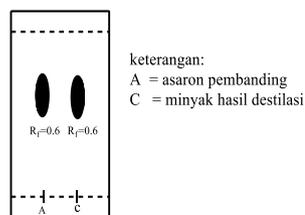
(rendemen sebesar 2,1%). Uji kemurnian minyak yang diperoleh selanjutnya dilakukan dengan KLT. Diperoleh nilai R_f sampel minyak dengan nilai R_f asaron pembanding yaitu 0,6. Ini menunjukkan bahwa minyak hasil distilasi diduga adalah asaron.



Gambar 2. Ilustrasi noda KLT hasil Destilasi sampel (a) Akar dan Batang, (b) Daun

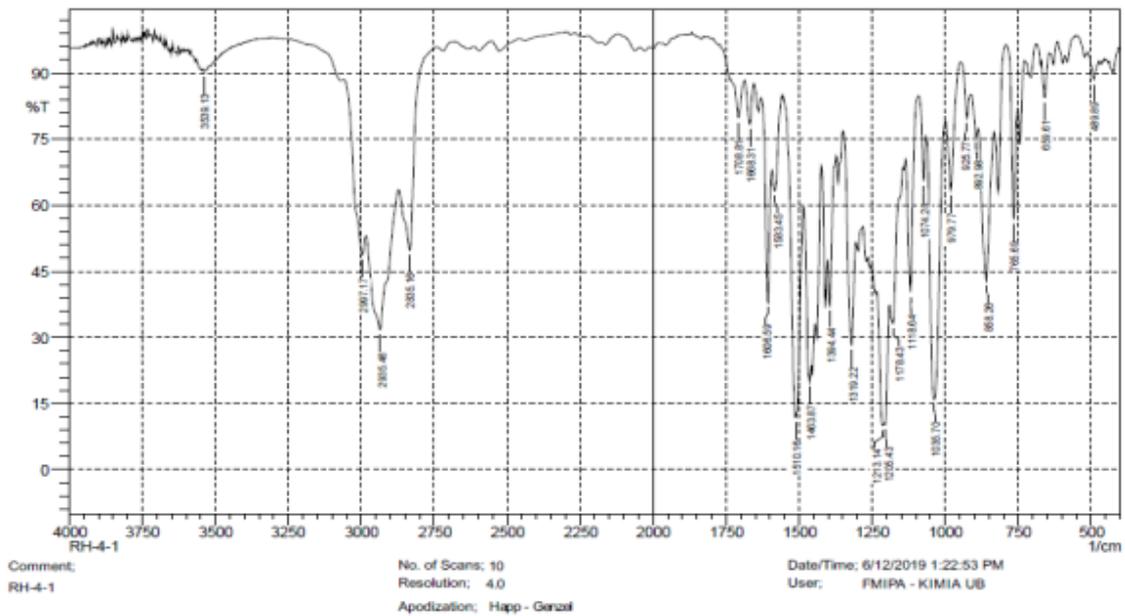
Distilasi pengurangan tekanan minyak asaron

Minyak asaron yang telah diperoleh dari distilasi berwarna kecoklatan disebabkan ada senyawa-senyawa yang tidak diinginkan ikut terbawa selama distilasi. Oleh karena itu, pemurnian minyak akan dilakukan menggunakan metode pengurangan tekanan. Ke dalam rangkaian alat distilasi pengurangan dimasukkan minyak asaron yang berwarna coklat dalam labu distilat dan dilakukan distilasi hingga menghasilkan minyak asaron yang berwarna bening kekuningan. Minyak yang diperoleh kemudian diuji kemurniannya secara kualitatif (TLC) dengan perbandingan eluen n-heksan dan dietil eter (7:3) (Gambar 3). Adapun rendemen yang diperoleh dari pemurnian minyak asaron menggunakan distilasi pengurangan tekanan yaitu sebesar 19,8 % dari penggunaan 5,39 gram sampel minyak asaron.



Gambar 3. Ilustrasi noda KLT hasil Distilasi pengurangan tekanan

Produk minyak asaron pengurangan tekanan yang diperoleh kemudian dianalisis menggunakan instrumen FT-IR dan NMR. Adapun untuk hasil analisis FTIR dapat dilihat pada Gambar 4.



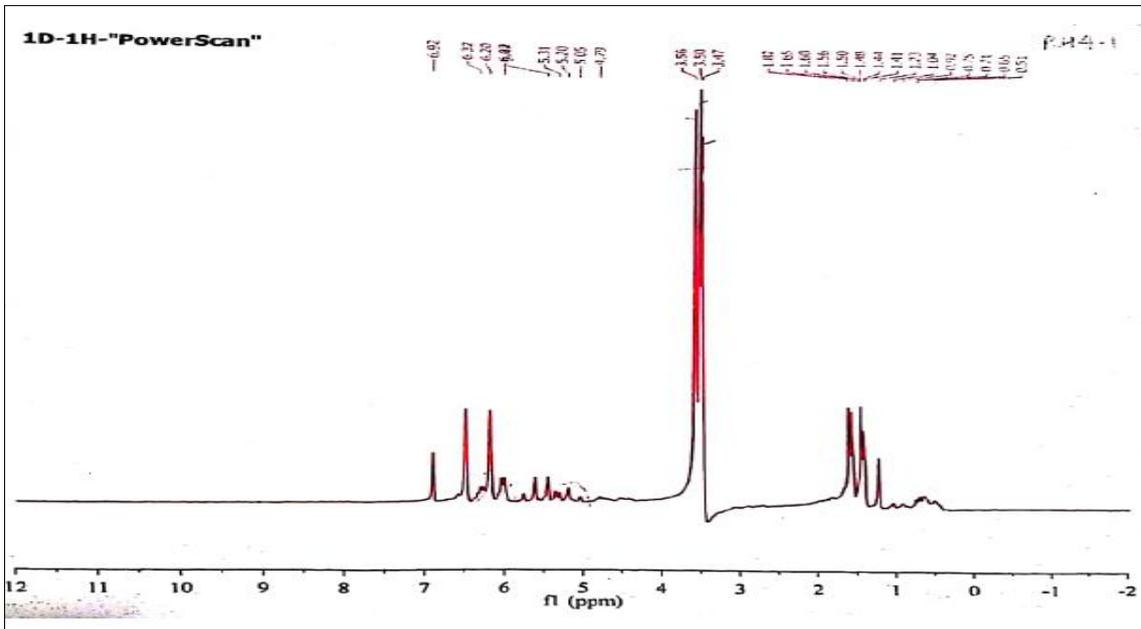
Gambar 4 Spektra IR sampel minyak Genoak

Berdasarkan Gambar 4 hasil analisis FTIR dapat ditunjukkan adanya serapan-serapan pada bilangan gelombang yang dapat dilihat dalam Tabel 1.

Tabel 1. Analisis serapan-serapan pada bilangan gelombang FTIR

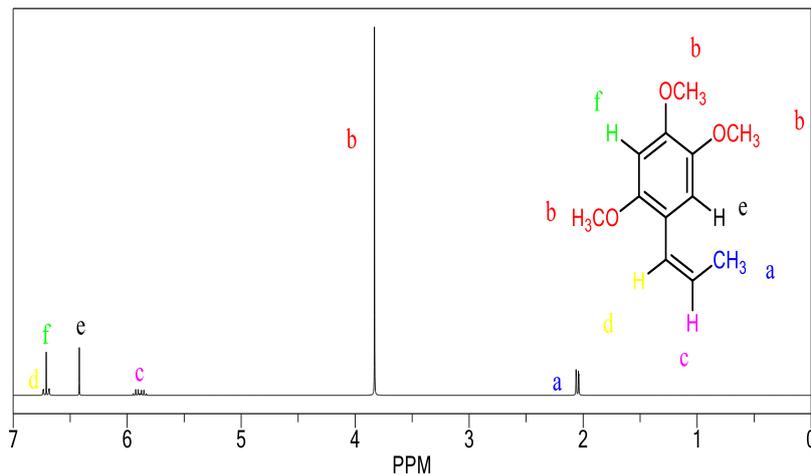
NO	Gugus fungsional dan jenis vibrasi	ν (cm^{-1})
1	Serapan pada bilangan gelombang menunjukkan adanya rentangan $\equiv \text{C}_{\text{sp}3}\text{-H}$	2935,19 ; 2835,16
2	Serapan pada bilangan gelombang menunjukkan rentangan C=C aromatik	1606,59; 1510,16
3	Serapan pada bilangan gelombang menunjukkan gugus metil dan metilen	1394,44 ; 1319,22
4	Serapan menunjukkan adanya gugus eter	1319,02– 1035,70

Selanjutnya produk destilasi pengurangan tekanan minyak asaron dianalisis menggunakan instrumen $^1\text{H-NMR}$ dan diperoleh spektra seperti terlihat pada Gambar 5.



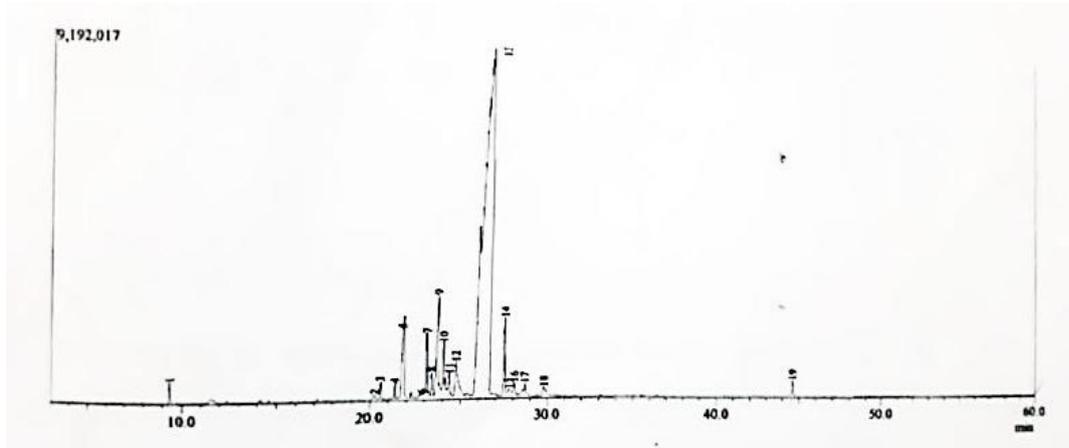
Gambar 5. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ hasil destilasi Pengurangan tekanan minyak asaron

Dari data hasil analisis spektra $^1\text{H-NMR}$ (Gambar 5), selanjutnya dilakukan perbandingan menggunakan permodelan Chem-Draw senyawa asaron dan diperoleh spektra $^1\text{H-NMR}$ yang dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Spektra $^1\text{H-NMR}$ minyak asaron menggunakan permodelan Chem-Draw

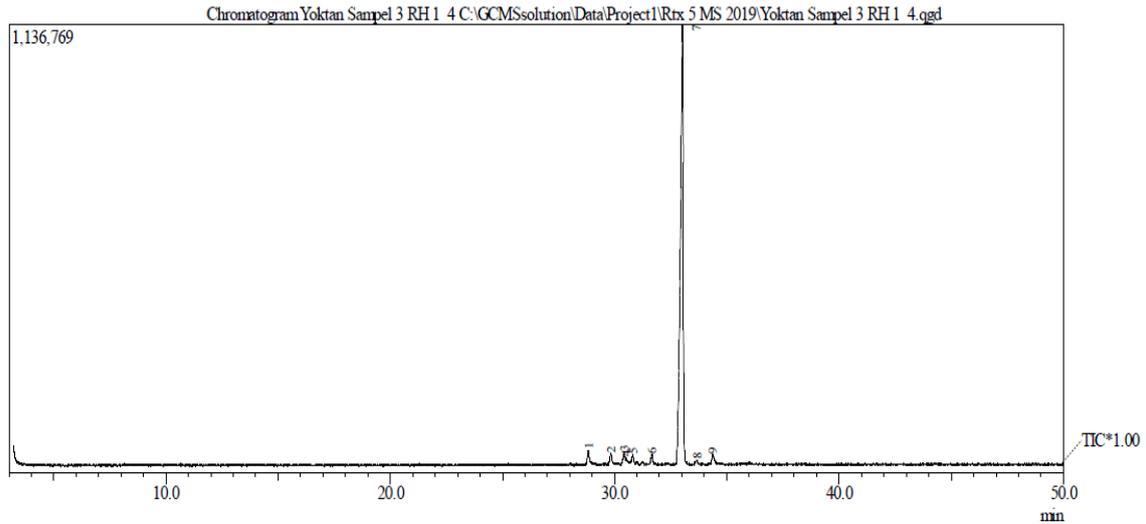
Hasil identifikasi komponen kimia yang terkandung dalam Minyak Asaron sebelum destilasi pengurangan tekanan telah dilakukan oleh Snae (2016)⁷. Hasil analisis yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Kromatogram minyak Asaron sebelum dimurnikan dengan distilasi pengurangan tekanan

Kromatogram minyak Asaron sebelum dilakukan pemurnian menggunakan distilasi pengurangan tekanan menunjukkan terdapat 19 puncak dengan waktu retensi yang berbeda dan mengandung beberapa jenis senyawa. Senyawa yang dominan adalah senyawa pada puncak 13 dengan waktu retensi 26,633 menit yang menunjukkan senyawa asaron dengan kemurnian 73,64% dengan indeks kemiripan (SI) sebesar 88%.

Upaya pemurnian asaron dilakukan dengan distilasi Pengurangan Tekanan. Dari 5,39 gram minyak asaron hasil distilasi yang berwarna coklat diperoleh 1.07 gram minyak asaron yang berwarna kuning dengan rendemennya sebesar 19,8%. Analisis kemurnian minyak asaron hasil distilasi Pengurangan Tekanan menggunakan GC-MS menunjukkan kemurnian minyak yang diperoleh sangat tinggi (Gambar 8) karena dari 9 puncak diperoleh puncak ke 7 yang paling tinggi dengan kemurnian 90%. Hasil analisis yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Kromatogram hasil distilasi Pengurangan Tekanan

Kromatogram minyak asaron menunjukkan bahwa terdapat 9 puncak dengan waktu retensi yang berbeda dapat dilihat dalam Tabel 2.

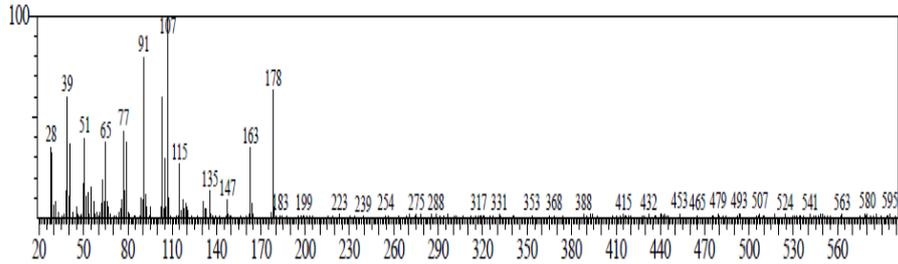
Tabel 2. Waktu retensi dan presentase Kelimpahan Senyawa dalam Asaron

No. Puncak	Waktu retensi (menit)	Luas area	Presentase (%)
1	28,832	209819	1,92
2	29,835	160972	1,48
3	30,425	135432	1,24
4	30,500	14127	0,13
5	30,817	125899	1,15
6	31,645	123348	1,13
7	33,029	9864973	90,49
8	33,677	77218	0,71
9	34,372	190456	1,75

Dari Tabel 2 terlihat bahwa minyak asaron yang telah dianalisis mengandung beberapa jenis senyawa, namun senyawa yang paling dominan adalah senyawa puncak 7 dengan waktu retensi 33,029 menit. Hasil spektogram massa puncak 7 dapat dilihat pada Gambar 9.

<<Target>>

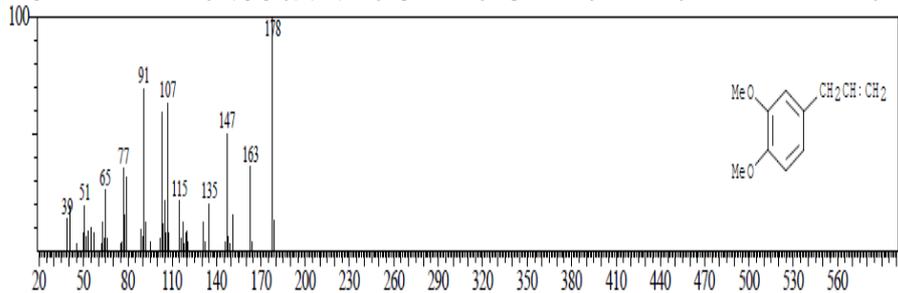
Line#:1 R.Time:28.833(Scan#:3077) MassPeaks:351
 RawMode:Averaged 28.825-28.842(3076-3078) BasePeak:107.10(2775)
 BGMMode:Calc. fromPeak Group 1 - Event 1



Hit#:1 Entry:49029 Library:WILEY229.LIB

SI:82 Formula:C11H14O2 CAS:93-15-2 MolWeight:178 RefIndex:0

CompName: Benzene, 1,2-dimethoxy-4-(2-propenyl)- (CAS) Methyl Eugenol \$\$ Methyl Eugenol \$\$ 1-Allyl-3,4-dimethoxybenzene \$\$ Ent 21040 \$\$ O-Methyleugenol \$\$ 4-Allylveratrole \$\$ Methyl eugenol ether



Gambar 9. Spektrogram massa puncak 7 dan massa puncak referensi

Gambar 9 menunjukkan bahwa puncak 7 dengan waktu retensi 33,029 menit memiliki puncak dasar m/z sebesar 208. Berdasarkan perbandingan dengan spektrogram massa referensi pada gambar diatas, maka dapat disimpulkan bahwa senyawa tersebut adalah senyawa asaron dengan kemurnian 90,49% dengan indeks kemiripan (SI) sebesar 82%. Berdasarkan hasil analisis FT-IR, NM dan GC-MS maka dapat disimpulkan bahwa minyak genoak mengandung senyawa asaron dengan kemurnian sebesar 90,49%. Asaron ini yang akan dioksidasi menggunakan $K_2Cr_2O_7$.

Kesimpulan

Pemurnian minyak Genoak melalui distilasi pengurangan tekanan menghasilkan senyawa asaron dengan kemurnian sebesar 90,49%.

Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Dr. Grandprix Kadja, M.Si atas bantuan NMRnya.

Daftar Pustaka

1. Hensler, Kyoung., Wdee., dan Lisa., (2014), Anthracimycin Activity Against Contemporary Methicillin-Resistant *Staphylococcus aureus*. J Antibiot, Tokyo
2. Ling, Schneider., Peoples AJ., (2015), A new an Antibiotik Kills Pathogens without Decetable Resistance, Novobiotik Pharmaceuticals, Cambrigde, USA.
3. Lakemeyer., Zhao., Mandl.,(2018), Thinking outside the Box- Antibacterials to Tackle the Resistance Crisis. Antibacterial Drug. Angewadte chemie. Weinheim. Hal 2-39
4. Hasegawa, Toru., Mitsuko., dan Konomi., (1975), A new Antibiotic C-9154. Takeda Chemical Industries, Juso, Yodagawa-ku, Osaka, Japan
5. Jumina, Siswanta., dan D., Zulkarnain. A. K., (2001), Sintesis dan uji aktivitas biologis Turunan antibiotik C-9154 dari Vanilin. *Majalah Farmasi*. Hal 12, 2, 85 – 91
6. Safi'i, A., (2010), Oksidasi Gugus Alkena Senyawa Asaron Hasil Destilasi Genoak (*Acorus calamus*) Menggunakan Kalium Permanganat Dan Katalis Tween 80, *Skripsi*, Undana, Kupang
7. Snae, S.S., (2016), Oksidasi Asaron Hasil Destilasi Kaliraga (*Acorus calamus*) Asal Ende dengan menggunakan Oksidator $K_2Cr_2O_7$, *skripsi*, Undana, Kupang

Metodologi Penelitian

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: daun, batan dan akar tanaman Genoak, CH_2Cl_2 , H_2O , Na_2SO_4 anhidrat, dan n-Heksana. Semua bahan kecuali sampel tanaman Genoak diperoleh dari Sigma Aldrich dan e-Merck.

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: Peralatan gelas yang umumnya digunakan dalam laboratorium kimia organik, *rotary evaporator* (Buchi), timbangan digital, spektrofotometer-IR dan spektrometer NMR.

Prosedur Penelitian

Isolasi Minyak Atsiri dari Genoak

Tanaman genoak (Akar, batang dan daun) didistilasi secara terpisah. Sampel yang telah halus dimasukkan kedalam labu distilasi dan ditambahkan aquades secukupnya. Distilat yang diperoleh ditampung pada erlenmeyer, kemudian diekstraksi menggunakan diklorometana (3x 10 mL). Ekstrak yang diperoleh dipisahkan antara fase organik dan fase air. Fase organik dikeringkan menggunakan Na_2SO_4 anhidrat kemudian disaring. Filtrat yang dihasilkan dievaporasi dan diperoleh minyak kemudian di KLT. Kandungan minyak yang diperoleh dinyatakan sebagai rendemen dalam satuan gram minyak/gram sampel.

Destilasi Pengurangan Tekanan Minyak Asaron

Dirangkai alat destilasi lalu ditimbang minyak asaron 5,39 gr dalam labu destilasi kemudian dimasukkan magnetik stirrer lalu dilakukan destilasi. Minyak murni asaron yang diperoleh kemudian dianalisis menggunakan FT-IR, NMR dan GC-MS.