

**PERUBAHAN KOMPONEN UTAMA
PADA MINYAK ATSIRI SELASIH UNGU (*Ocimum canum*, Sims)
DENGAN METODE *MICROWAVE ASSISTED ORGANIC SYNTHESIS* (MAOS)
MENGUNAKAN KATALIS KF/AL₂O₃**

Ratih Dyah Puspitasari, Dwiwarso Rubiyanto dan Allwar

Jurusan Ilmu Kimia, FMIPA, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta

email : ratihdyahpuspitasari@ymail.com

ABSTRACT

*The application of MAOS method (Microwave Assisted Organic Synthesis) on purple basil (*Ocimum Canum*, Sims) essential oil has been done. In this research, the KF/Al₂O₃ was used as catalyst and using glycerol and ethylen glicol as solvent. The catalyst was characterized by FT-IR and the result showed the appearance of three spectra: K₃AlF₆, KOH and K₂CO₃. The result of optimization time and concentration were obtained 6 min at KF/Al₂O₃ 10% for glycerol solvent, and 2 min at KF/Al₂O₃ 20% for ethylene glycol solvent. The result of analysis of essential oil from withered purple basil for a month showed 13 content of compounds where methyl eugenol was the main compound. After reacted using MAOS method, partly of methyl eugenol has converted to trans-metil isoeugenol. The result of analysis of essential oil from withered purple basil for 3 months showed 14 content of compounds. After reacted using MAOS method the main component was converted into other compounds but not seen any product that formed methyl isoeugenol.*

Keywords: *purple basil, Ocimum Canum, MAOS, green chemistry.*

ABSTRAK

Penerapan metode MAOS (Microwave Assisted Organic Synthesis) pada minyak atsiri selasih ungu (*Ocimum Canum*, Sims) telah dilakukan. Dalam penelitian ini KF/Al₂O₃ digunakan sebagai katalis, gliserol dan etilen glikol sebagai pelarut. Katalis dikarakterisasi dengan FTIR dan hasil menunjukkan penampakan tiga spektra: K₃AlF₆, KOH dan K₂CO₃. Hasil optimasi waktu dan konsentrasi yang diperoleh yaitu 6 menit pada KF/Al₂O₃ 10% untuk pelarut gliserol dan 2 menit pada KF/Al₂O₃ 20 % untuk pelarut etilen glikol.

Kata kunci: selasih ungu, *Ocimum Canum*, MAOS, green chemistry.

PENDAHULUAN

Tanaman merupakan gudang komponen kimia yang sangat kompleks. Sampai saat ini manfaat setiap komponen belum terungkap semua dan masih perlu digali. Salah satu tanaman yang memiliki banyak manfaat adalah selasih (*Ocimum.sp*). Kardinan (2003) dan Khotari (2004) menyatakan bahwa berdasarkan hasil-hasil

penelitian yang telah terbukti secara ilmiah, selasih dapat dimanfaatkan sebagai obat, penghasil pestisida nabati, sebagai bahan kegiatan agama atau ritual, penghasil minyak atsiri yang dapat digunakan sebagai parfum, bahan lotion, sabun, sampo, atau kosmetik. Sehingga selasih dapat dikatakan sebagai tanaman yang memiliki potensi yang sangat menjanjikan.

Penelitian dalam bidang sintesis organik dengan bantuan microwave telah banyak dikembangkan dan dikenal dengan istilah diantaranya MAOS (*Microwave Assisted Organic Synthesis*), MORE (*Microwave Organic Reaction Enhancement*), *Microwave Aided Reaction*, dan lain-lain. Salah satu penelitian yang telah dilakukan dalam perkembangan sintesis dengan bantuan *microwave* ini adalah penelitian yang dikembangkan oleh Gudyce dan kawan-kawan tentang penggunaan gelombang *microwave* dalam beberapa tipe reaksi serta Giguere dan kawan-kawan pada tahun 1986 tentang reaksi emulsi berair dengan bantuan *pulsed electromagnetic radiation* (Varma, 2001; Kappe, *et al.*, 2009; Rubiyanto, 2011).

Penelitian menggunakan metode MAOS juga telah dilakukan oleh Luu, *et al.*, (2009), terkait isomerisasi metil eugenol menjadi turunannya yaitu metil isoeugenol dengan menggunakan katalis KF/Al_2O_3 pada kondisi tanpa pelarut.

Menurut Zare (2008), penggunaan katalis mineral-support seperti KF/Al_2O_3 dikombinasikan dengan iradiasi *microwave* dapat meningkatkan laju reaksi, hasil yang lebih tinggi, selektivitas yang lebih baik dan waktu yang lebih singkat, sehingga prosesnya dapat dikatakan mengikuti asas *green chemistry*. Menurut Utomo (2010), aktivitas *green chemistry* diformulasikan sebagai usaha pemakaian bahan dasar

(terutama yang dapat diperbaharui) secara efisien, penghilangan limbah dan penghindaran pemakaian reagen dan pelarut yang bersifat toksik dan atau berbahaya dalam industri dan aplikasi produk kimia.

Penelitian yang telah banyak dilakukan selama ini yaitu membuat metil eugenol dari senyawa eugenol yang terdapat dalam minyak cengkeh. Sastrohamidjojo (2004) menyatakan bahwa, pengolahan eugenol dari minyak cengkeh memerlukan beberapa langkah yang tidak sederhana. Tanaman selasih ungu merupakan salah satu penghasil metil eugenol dengan kadar yang tinggi. Metode MAOS dengan katalis KF/Al_2O_3 juga telah diterapkan terhadap senyawa metil eugenol murni yang telah diisolasi dari minyak atsirinya. Pada penelitian ini dilakukan reaksi terhadap minyak atsiri selasih ungu (*Ocimum canum*, Sims) yang memiliki komponen penyusun paling dominan metil eugenol secara langsung tanpa diisolasi terlebih dahulu.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak atsiri selasih ungu, metil eugenol standar merk Aldrich, etilen glikol p.a., gliserol p.a., KF p.a., Al_2O_3 p.a., HCl, N-heksana, Na-sulfat, kertas pH universal, air de-ionisasi, akuades.

Peralatan

Oven Gelombang Mikro (*Microwave Oven*) 700 watt merk Sigmatic SMO-20 WG, FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merk NICOLET AVATAR, Spektrofotometer GC Hewlett Pacard 5890 Series II, GC-MS merk QP2010S SHIMADZU, timbangan analitik dan peralatan gelas lainnya.

Prosedur Penelitian

Pada penelitian ini skematika proses reaksi senyawa dalam minyak atsiri selasih ungu merujuk pada skematika dalam Luu, *et al.*, (2009) yang dimodifikasi. Gambaran proses reaksi secara sederhana yaitu pertama preparasi katalis basa $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$; kedua, optimasi kondisi reaksi terhadap senyawa standar metil eugenol yang terdiri dari optimasi waktu reaksi, optimasi prosentase katalis dan optimasi jenis pelarut; ketiga, dengan kondisi optimal yang diperoleh, reaksi isomerisasi dikenakan pada minyak selasih ungu. Kondisi optimasi reaksi dapat dilihat dalam Tabel 1.

Tabel 1. Kondisi Optimasi Reaksi Secara Keseluruhan

Parameter	Nama Bahan	Jumlah
Reaktan	Metil eugenol	2 mL
Katalis	$\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$	6,6 gram
Pelarut	Etilen glikol dan gliserol	4 mL
Daya (skala MW)	-	Low (126 watt)
Temperatur (dependen)	-	60-65 °C
Sampel	Minyak selasih ungu 1 bulan dan 3 bulan	2 mL

a. Preparasi $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$

Sebanyak 20 gram KF yang telah dilarutkan dalam 150 mL air de-ionisasi hingga pH 6,5 dimasukkan ke dalam gelas beaker yang berisi larutan Al_2O_3 (30gram Al_2O_3 : 150 mL air de- ionisasi) disertai pengadukan menggunakan magnetik stirer selama 30-45 menit hingga pH hingga pH= 11,5-11,7 dan keduanya bercampur sempurna. Kemudian campuran dikeringkan dengan oven pada temperatur 140-1500 C selama 6 jam dan dianalisis dengan FT-IR. Pada penelitian ini dibuat variasi konsentrasi $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yaitu 10%, 20%, 30% dan 40%.

b. Aplikasi Metode MAOS pada Minyak Atsiri Selasih Ungu (*Ocimum Canum, Sims*) dengan Katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$

Sebanyak 6,6 gram $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ konsentrasi 20% dilarutkan dalam 4 mL solven dimasukan ke dalam tabung reaksi, kemudian direaksikan dengan 2 mL metil eugenol standar. Campuran dimasukan ke dalam *microwave oven* pada tingkat daya *low* (126 watt) dengan variasi waktu 2, 4, dan 6 menit. Hasil reaksi didinginkan dengan menambahkan 25 aquades, kemudian diukur pH dan dinetralisasi dengan HCl 1N hingga pH 7. Campuran yang diperoleh dimasukan ke dalam corong pisah dan ditambahkan dengan n-heksana sebanyak 50 mL dan digojok beberapa kali sehingga diperoleh dua lapisan, kemudian dipisahkan. Pada lapisan

n- heksana ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat. Produk reaksi dianalisis dengan GC untuk memperoleh waktu optimum. Dengan langkah yang sama dilakukan untuk menentukan konsentrasi optimum dari katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 10%, 20%, 30% dan 40%. Setelah diperoleh konsentrasi dan waktu yang optimum untuk melakukan reaksi, maka dilakukan analisis dalam sampel minyak atsiri selasih ungu 1 bulan dan 3 bulan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

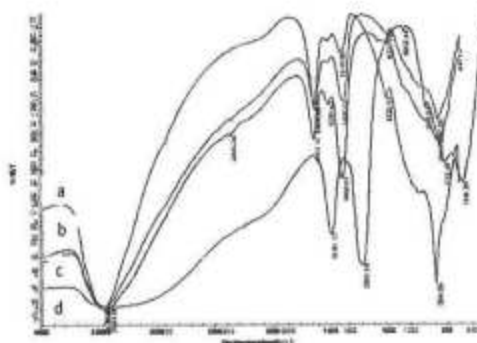
Penentuan Kondisi Reaksi Optimum

Dalam penelitian ini sebelum dilakukan reaksi terhadap senyawa dalam minyak selasih ungu, terlebih dahulu dipersiapkan reagen atau katalis. Katalis yang digunakan adalah $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebagai katalis basa heterogen, pembuatan katalis basa padat $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$, dilakukan dengan mencampurkan larutan logam KF dengan larutan Al_2O_3 (alumina) sebagai pengemban dan kemudian diuapkan.

a. Karakterisasi $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$

Sebelum digunakan sebagai katalis basa, $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dikarakterisasi menggunakan instrumen FT-IR (*Fourier Transform-Infrared*) dengan melihat interaksi didalamnya, untuk mendapatkan prosentase katalis yang optimal. Dalam penelitian ini digunakan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan Dalam penelitian ini dibuat katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan konsentrasi bervariasi yaitu 10%, 20%, 30%

dan 40%. Dari hasil analisis FT-IR diperoleh spektrum seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum FT-IR $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ konsentrasi (a) 10%, (b) 20%, (c) 30% dan (d) 40%

Berdasarkan data hasil spektroskopi infra merah menunjukkan adanya situs aktif K_3AlF_6 , KOH dan K_2CO_3 dari katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang konsisten dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Qiu peng, *et al.*, (2010). Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1, pita pada daerah serapan $\sim 586 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya AlF_6^{3-} stretching dan pita pada daerah $\sim 1396,46 \text{ cm}^{-1}$; $1402,91 \text{ cm}^{-1}$; $1405,58 \text{ cm}^{-1}$; $1418,85 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan CO_3^{2-} stretching dari K_2CO_3 . Karakteristik dari OH yang terdapat dalam KOH terletak pada pita daerah serapan $3456,06 \text{ cm}^{-1}$; $3456,90 \text{ cm}^{-1}$; $3449,29 \text{ cm}^{-1}$; $3444,85 \text{ cm}^{-1}$. Penelitian ini juga konsisten terhadap penelitian yang telah dilakukan oleh Weinstock, *et al.*, (1986), yang memberikan reaksi sebagai berikut:



Pembentukan K_2CO_3 diduga berasal dari CO_2 atmosfer yang beraksi dengan KOH.



Berdasarkan penelitian lain yang telah dilakukan oleh Murugan *et al.*, (2010), yaitu terlihat pita serapan $\sim 3460\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan hidrogen dengan OH *stretching*, pada pita serapan $\sim 1643\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya fisisorpsi air. Pita serapan pada $\sim 1400\text{ cm}^{-1}$ disebabkan karena adanya ion CO_3^{2-} yang berikatan lemah dengan kation K^+ yang terdapat pada permukaan katalis.

b. Optimasi waktu dan konsentrasi

Hasil optimasi waktu dan konsentrasi dapat dilihat pada Tabel 2 berikut:

Tabel 2. Optimasi Waktu dan Konsentrasi

Pelarut	Waktu	Konsentrasi KF/Al ₂ O ₃
Gliserol	6 menit	10%
Etilen glikol	2 menit	20%

Data ini untuk selanjutnya digunakan dalam reaksi terhadap senyawa yang terkandung dalam minyak selasih ungu (*ocimum canum, Sims*).

Aplikasi Metode MAOS pada Minyak Atsiri Selasih Ungu dengan Katalis KF/Al₂O₃

Tujuan utama penggunaan energi *microwave* adalah supaya dapat tercapai pemanasan yang merata, mempersingkat waktu reaksi dan penggunaan pelarut hanya terbatas sebagai medium yang jumlahnya sangat sedikit dalam reaksi.

Katalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah KF/Al₂O₃, pemilihan katalis basa padat KF/Al₂O₃, dikarenakan katalis ini telah banyak digunakan dalam penelitian terdahulu dalam bidang sintesis organik, sebagai katalis basa yang dapat didaur ulang dan efisien. Katalis ini memiliki aktivitas yang tinggi untuk mengkonversi reaktan, selektivitas terhadap produk yang diinginkan tinggi, *lifetime* yang panjang dalam arti dapat digunakan berulang kali sehingga mengurangi masalah limbah, dan memiliki stabilitas termal sehingga cocok digunakan dalam penelitian ini menggunakan teknologi MAOS yang menerapkan beberapa asas *green chemistry*.

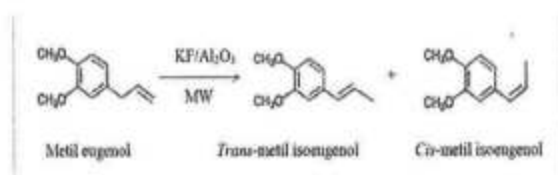
Tabel 3. Komponen Minyak Atsiri Selasih Ungu 1 Bulan

1 bulan (sebelum reaksi)	Setelah reaksi (gliserol)	Setelah reaksi (etilen glikol)	Senyawa
Area	Area	Area	
1293161	-	-	1,8-cineole/eucalyptol
635434	-	-	Linalool
1207745	-	512815	Camphor
771353	-	-	Bornyl acetate
1064212	-	-	Beta-bourbone
-	-	162608	Tidak teridentifikasi
7332354	669956	358058	Beta elemene
237452925	179144772	106283117	Metil eugenol
2125672	-	-	Alpha guaiene
1612014	-	-	Alpha-humulene
-	494166	-	Trans-metil isoeugenol
5264967	-	-	Germacrene-D
2404311	-	-	Germacrene-B
3669594	-	-	Delta guaiene
1799890	-	-	Alpha copaene
	861858	548700	Alpha amorphene
	3166312	341250	Tidak teridentifikasi
-	1743524	1619677	Tidak teridentifikasi
	1743524	931078	Torreyol

Dari Tabel 3, dapat dilihat bahwa ada beberapa senyawa yang memiliki kadar sangat kecil terkonversi menjadi senyawa lain setelah direaksikan dengan basa padat KF/Al_2O_3 menggunakan iradiasi *microwave* (MAOS). Senyawa yang paling dominan dalam minyak selasih ungu yaitu metil eugenol, dari luas area yang diperoleh sebagian dari metil eugenol terkonversi menjadi senyawa lain dan terlihat adanya produk turunan yaitu *trans*-metil isoeugenol pada reaksi dengan media pelarut gliserol.

Reaksi yang terjadi terhadap senyawa metil eugenol standar adalah isomerisasi, yaitu terbentuknya senyawa turunan dari

metil eugenol standar antara lain *trans*-metil isoeugenol dan *cis*-metil isoeugenol.



Gambar 2. Reaksi isomerisasi metil eugenol menjadi metil isoeugenol

Tabel 4. Komponen Minyak Atsiri Selasih Ungu 3 Bulan

3 bulan	Setelah konversi (gliserol)	Etilen glikol	Senyawa
Area	Area	Area	
5973582	-	2130071	1,8-cineole/eucalyptol
2306707	-	-	Linalool
3549495	-	1849907	Camphor
2017786	-	648758	Bornyl acetate
2626870	246088	579492	Tidak teridentifikasi
11350179	707655	1204440	Beta elemene
334122195	146249306	158991883	Metil eugenol
4065652	-	-	Alpha guaiene
2667054	-	-	Alpha humulene
5948338	-	-	Germacrene-D
	-	-	Beta selinene
3947054	-	-	Germacrene-B
5344308	-	-	Delta guaiene
3157131			Alpha copaene
	710721	1048721	Alpha-amorphene
	701733	738737	Tidak teridentifikasi
	3252921	3331472	Tidak teridentifikasi
	926069	1083202	Tidak teridentifikasi
4229323	1414650	1619138	Torreyol/ 1-naphthalenol

Sebagaimana pada selasih ungu 1 bulan, dilihat dari luas area kromatogram yang dihasilkan pada selasih ungu 3 bulan juga mengalami konversi pada senyawa utamanya yaitu metil eugenol, namun hasil konversi yang diperoleh tidak ada yang menunjukkan terbentuknya produk turunan yaitu metil isoeugenol.

KESIMPULAN

Hasil dari reaksi dengan metode MAOS menggunakan katalis $\text{KF}/\text{Al}_2\text{O}_3$, pada minyak atsiri selasih ungu pelayuan 1 bulan menunjukkan bahwa terjadi perubahan pada komponen utamanya yaitu metil eugenol

menjadi turunannya *trans*-metil isoeugenol. Pada minyak atsiri selasih ungu pelayuan 3 bulan, juga mengalami perubahan yaitu sebagian dari metil eugenol terkonversi menjadi senyawa lain namun tidak terlihat adanya produk metil isoeugenol yang terbentuk.

DAFTAR PUSTAKA

- Catalyst for Synthesis of Diethyl Carbonate by Transesterification of Ethylene Carbonate, *Catal Lett* (2010) 137:232-238.
- Kappe, C. O., Dallinger, D., dan Murphee, S.S. 2009. Practical Microwave Synthesis for organic Chemist:

- Strategis, Instrument, and Protocol, ISBN: 978-3-527-30297-4- WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- Kardinan, A. 2003. *Selasih :Tanaman Keramat Multi Manfaat*, Agromedia. Jakarta.
- Khotari, S.K., Battacharya, A.K., Ramesh, S. 2004. Essential Oil Yield and Quality of Methyleugenol Rich *Ocimum tenuiflorum*, L. (Syn. *O.Sanctum*.L.) Grown in India as Influenced by Method of Harvest, *Journal of Chromatography*, Els.
- Luu, T.X.T., Lam, T.T., Le, T.N and Duus, F. 2009. Fast and Green Microwave Assisted Conversion of Essential Oil Allylbenzene into the Corresponding Aldehydes via Alkene Isomerization and Subsequent Potassium Permanganate Promoted Oxidative Alkene group Cleavage, *Molecules*, ISSN 1420-3049, vol.14, pp.3411-3424, doi:10.3390/molecules14093411.
- Murugan, C., Bajaj, H.C., Jasra, R.V. 2010. Transesterification of Propylene Carbonate by Methanol using KF/Al_2O_3 as an Efficient Base Catalyst, *Springer, Catal lett* (2010) 137:224-231. DOI 10.1007/s10562-010-0348-6.
- Qiu Peng, Yang Bolun, Yi Chunhai. 2010. Characterization of $KF/\gamma-Al_2O_3$
- Rubiyanto, D. 2011. Isomerisasi Metil Eugenol dalam Minyak Atsiri Selasih Ungu (*Ocimum canum*, Sims) dengan Teknik Microwave Assisted Organic Synthesis (MAOS) dan Uji Atraktannya pada Lalat Buah, *Laporan Hasil Penelitian*, Fakultas MIPA UII, Yogyakarta.
- Sastrohamidjojo, H. 2004. *Kimia Minyak Atsiri*. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- Utomo, M. Prajonto. 2010. Green Chemistry dengan Kimia Katalisis. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta.
- Varma, R. S. 2001. Solvent free Accelerated Organic Synthesis using Microwave, *Pure Appl. Chem*, 73, 193-198, IUPAC.
- Zare, Abdolkarim., Hasaninejad, A., Reza, A., Beyzavi, M., Ali Khalafi-Nezhad, Pishahang, Nasrin ., Parsaee, Z., Mahdaviniasab, P., and Hayati, N. 2008. KF/Al_2O_3 as a Highly Efficient Reagent for The Synthesis of N-aryl Derivatives of Pyrimidine and Purine Nucleobases, *General Paper, ARKIVOC*.