



ISOLASI 1,8-SINEOL DARI MINYAK KAYUPUTIH DAN UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI FUMIGAN *Sitophilus oryzae*

Dian Kumala Sari* dan Edy Cahyono

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Sejarah Artikel:
Diterima November 2015
Disetujui Desember 2015
Dipublikasikan Mei 2016

Kata kunci:
1,8-sineol
destilasi
fumigan
Sitophilus oryzae

Abstrak

Penelitian ini adalah suatu alternatif penggunaan pestisida jenis fumigan yang aman dan ramah lingkungan dengan memanfaatkan senyawa aktif sekaligus senyawa terbesar yang terkandung dalam minyak kayuputih yaitu 1,8-sineol. Tujuan dalam penelitian ini adalah mengetahui dosis minimum dan waktu paparan minimum yang dibutuhkan untuk mencapai tingkat mortalitas 100% pada kutu beras (*Sitophilus oryzae*). Pengisolasian senyawa 1,8-sineol dilakukan dengan metode destilasi fraksinasi pengurangan tekanan dan hasil analisis menunjukkan bahwa kemurnian senyawa 1,8-sineol hasil isolasi adalah sebesar 83,36%. Analisis struktur senyawa hasil isolasi menggunakan FT-IR dan ¹H-NMR menunjukkan bahwa senyawa terisolasi adalah 1,8-sineol. Senyawa 1,8-sineol hasil isolasi ini selanjutnya diuji aktivitasnya sebagai fumigan pada kutu beras. Hasil uji aktivitas menunjukkan bahwa senyawa 1,8-sineol memiliki kemampuan sebagai fumigan pada kutu beras karena dapat membunuh kutu beras dengan tingkat mortalitas 100% pada dosis penggunaan sebanyak 150 µL/L dan waktu paparan selama 45 jam.

Abstract

This research is purposed to find out minimum dosage and minimum exposure time needed to reach 100% mortality of the rice bug. The isolation of 1,8-cineole is done by distillation fraction depression method and the result shows the purity of 1,8-cineole is 83.36%. The analysis of the compound structure done by using FT-IR and ¹H-NMR describes that the isolated compound is 1,8-cineole. This isolated 1,8-cineole is then tested its activity as a fumigant of rice bug (*Sitophilus oryzae*). The result of the test shows that 1,8-cineole can be used as save rice bug fumigant for eliminating the bug by 100% mortality with 150 µL/L dosage and 45 hours exposure time.

Pendahuluan

Indonesia merupakan salah satu negara agraris yang sebagian besar penduduknya hidup dari pertanian. Beras merupakan bahan makanan pokok sebagian besar penduduk di Indonesia dan menempati posisi penting dalam penyediaan pangan.

Permasalahan pada beras saat ini tidak hanya terbatas pada ketersediaan beras domestik guna pemenuhan kebutuhan pangan nasional, permasalahan lain turut mengintai adalah berbagai permasalahan yang dihadapi oleh para petani Indonesia baik pada tahap sebelum (pra) dan setelah (pasca) panen. Permasalahan pasca panen, penyimpanan bahan pangan merupakan tahapan yang paling penting dan yang paling berpengaruh. Pada tahap ini dimungkinkan terjadi perubahan kualitas dan kuantitas yang dipengaruhi oleh interaksi kondisi (kualitas) beras, kondisi lingkungan dan organisme/hama gudang (mikroorganisme, serangga dan rodentia). Diantara hama-hama gudang tersebut, serangga hama merupakan penyebab kerusakan terbesar dan mempunyai peranan penting terhadap kesehatan manusia (Ummah; 2012).

Perlindungan terhadap penyimpanan produk pertanian dari ancaman serangga biasanya dilakukan dengan menggunakan organoklor, organofosfat, dan karbamat (Rahman; 2007). Namun demikian, penggunaan insektisida dan fumigan buatan secara terus-menerus dapat mengakibatkan pencemaran lingkungan, sehingga diperlukan suatu sarana pengendalian hama yang lebih ramah lingkungan (Sukandar, *et al.*; 2007). Salah satunya adalah penggunaan minyak atsiri sebagai sarana pengendali hama yang lebih ramah lingkungan. Dalam penelitian ini yang digunakan adalah minyak atsiri yang diperoleh dari bagian tumbuhan daun yaitu minyak kayuputih dengan menggunakan senyawa aktif terbesar di dalamnya yaitu 1,8-sineol. Sedangkan hama yang dikendalikan adalah *Sitophilus oryzae* atau yang lebih dikenal sebagai kutu beras, dimana hama ini merupakan hama utama yang merusak beras.

Senyawa 1,8-sineol atau yang sering disebut "*cineole*" adalah komponen aktif farmasi minyak kayuputih. Sineol terdapat dalam minyak kayuputih karena adanya campuran yang kompleks dengan berbagai senyawa terpenoid yang lain dalam minyak yang terdapat dalam daun kayuputih. Sineol adalah siklik eter dengan rumus empiris $C_{10}H_{18}O$ dan nama sistematis 1,3,3-trimetil-2-oxabicyclo [2.2.2] oktan. Atom karbon yang terkait dengan oksigen

membuat sineol memiliki stabilitas dan reaktivitas kimia yang relatif rendah. Hal ini meliputi ketahanan terhadap oksidasi, polimerisasi dan dekomposisi termal, berbeda dengan kebanyakan senyawa terpenoid yang lainnya. Eter atom oksigen sineol agak polar, sehingga dapat larut dengan baik pada pelarut organik. Sineol memiliki kelarutan yang terbatas dalam air (0,4% berat pada 20°C) (Barton; 2000).

Fumigan adalah suatu jenis pestisida (obat pembasmi hama) yang dalam suhu dan tekanan tertentu berbentuk gas, dan dalam konsentrasi tertentu dapat membunuh hama (organisme pengganggu). Di Indonesia yang paling sering digunakan sebagai fumigan adalah metil bromida dan fospin (Koehler; 2003).

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Ho (2003), uji aktifitas 1,8-sineol sebagai fumigan untuk hama kumbang gandum dalam gudang penyimpanan gandum memberikan hasil bahwa kumbang gandum dapat mati 100% dalam waktu 24 jam dengan konsentrasi 1,8-sineol sebesar 150 $\mu\text{L}/\text{L}$. Pada penelitian ini dilakukan uji aktifitas 1,8-sineol sebagai fumigan pada salah satu hama yang banyak menyerang beras yakni *Sitophilus oryzae* atau kumbang beras.

Metode Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: minyak kayuputih dari PKMP Krai-KPH Gundih-BKPH Gundih, sedangkan alat-alat yang digunakan antara lain: satu set destilasi fraksinasi pengurangan tekanan, pompa vakum, mikropipet, *gas chromatography*, *gas chromatography-mass spectrometer Shimadzu QP 5000*, *FT-IR spectrofotometer Perkin Elmer*, $^1\text{H-NMR}$ *spectrofotometer Bruker AM 360*.

Langkah kerja yang dilakukan dalam penelitian ini dimulai dengan memasukkan 300 mL minyak kayuputih ke dalam labu alas bulat (kapasitas 500 mL). Kemudian memulai proses destilasi fraksinasi pengurangan tekanan hingga fraksi-fraksi dipisahkan berdasarkan titik didihnya pada tekanan rendah. Memisahkan destilat antara satu dengan yang lain berdasarkan temperatur kesetimbangan *liquid-vapour* dan fraksi 2 yang diduga mengandung banyak 1,8-sineolnya dianalisis menggunakan kromatografi gas untuk mengetahui kandungan 1,8-sineolnya. Kemudian mendestilasi ulang fraksi 1,8-sineol yang masih tercampur dengan komponen lainnya. Selanjutnya mengidentifikasi hasil isolasi menggunakan GC, FT-IR dan $^1\text{H-NMR}$.

Setelah memperoleh destilat senyawa 1,8-

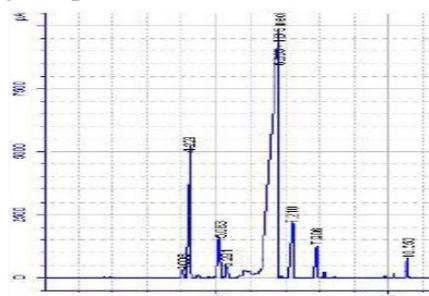
sineol, langkah selanjutnya adalah tahapan persiapan sebelum dilakukan uji aktivitas senyawa 1,8-sineol sebagai fumigan *Sitophilus oryzae*, langkah ini dimulai dari memanaskan media beras dalam oven pada suhu 60°C selama 2 jam. Kemudian memasukkan sebanyak 100 ekor *Sitophilus oryzae* ke dalam 300 g media beras dalam wadah gelas uji lalu menutupnya dengan kertas saring *Whatmann*. Tahap persiapan ini dilakukan selama kurang lebih 7 sampai 15 hari.

Setelah tahapan persiapan selesai, maka langkah selanjutnya adalah dilakukannya uji aktivitas senyawa 1,8-sineol sebagai fumigan *Sitophilus oryzae*. Langkah ini dimulai dari memasukkan 50 g beras ke dalam gelas uji berukuran 300 mL lalu menambahkan sebanyak 100 ekor *Sitophilus oryzae* ke dalam gelas uji. Membasahi kertas *Whatmann* dengan 1,8-sineol dengan variasi dosis penggunaan 50, 100, dan 150 µl/L. Kemudian menggantung kertas *Whatmann* di dalam gelas uji yang telah berisi kutu. Menutup gelas uji dengan kertas saring *Whatmann*. Selanjutnya dilakukan inkubasi untuk masing-masing gelas uji yang telah dimasukkan *Sitophilus oryzae* dengan waktu paparan yang berbeda yakni selama 12, 24 dan 45 jam. Setelah dilakukan inkubasi lalu mengeluarkan seluruh isi dalam gelas uji dan meletakkannya di atas media. Kemudian menghitung jumlah kutu yang mati setelah dipaparkan fumigan 1,8-sineol.

Hasil dan Pembahasan

Hasil analisis menggunakan GC-MS yang telah dilakukan sebelumnya menunjukkan bahwa kandungan 1,8-Sineol dari minyak kayu putih produksi dari KPH Gundih Jawa Tengah relatif tidak terlalu besar yakni hanya 52,54%. Oleh karena itu, perlu dilakukan suatu cara agar kadar dari 1,8-sineol mengalami peningkatan yakni dengan cara mengisolasi, dalam penelitian ini cara isolasi yang dipilih adalah menggunakan metode destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Destilasi penurunan tekanan menjadi penting apabila cairan mempunyai titik didih yang sangat tinggi, atau apabila senyawa terdekomposisi jika temperatur dinaikkan. Kebanyakan senyawa organik terdekomposisi pada temperatur tinggi dan karena itu dilakukan destilasi pengurangan tekanan apabila titik didih normalnya lebih dari 150°C (Firdaus; 2011). Dikarenakan titik didih dari 1,8-sineol relatif tinggi yakni berkisar pada suhu 174-177°C maka metode ini dirasa sesuai untuk teknik isolasi yang akan digunakan.

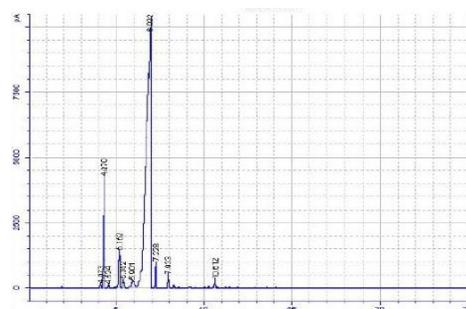
Pada proses destilasi fraksinasi pengurangan tekanan, destilat yang dihasilkan dipisahkan menjadi 3 fraksi. Perhitungan fraksi ini berdasarkan hasil perhitungan yang didasarkan pada hasil analisis minyak kayu putih menggunakan GC-MS. Dari ketiga fraksi yang diperoleh, fraksi kedua adalah fraksi yang diduga banyak terkandung 1,8-sineol. Maka dari itu, pengamatan lebih banyak difokuskan pada fraksi kedua. Fraksi kedua dari destilat tersebut lalu selanjutnya dianalisis menggunakan GC. Hasil analisis disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum hasil analisis destilasi menggunakan GC

Hasil analisis dari fraksi kedua hasil destilasi menunjukkan bahwa kemurniannya sebesar 76,68%. Hal ini menunjukkan bahwa adanya peningkatan kadar dari 1,8-sineol sebesar 24,24% setelah dilakukan destilasi. Berdasarkan kromatogram tampak bahwa senyawa 1,8-Sineol merupakan senyawa puncak yang muncul pada urutan ke-5 dengan waktu retensi 6,803 menit.

Fraksi kedua dari hasil destilasi perlu dimurnikan kembali dengan cara redistilasi fraksi kedua yang telah diperoleh. Hal ini dikarenakan kemurnian dari 1,8-sineol yang diperoleh dari destilasi belum terlalu tinggi, maka perlu dilakukan pemurnian lagi. Destilat yang dihasilkan kemudian dianalisis menggunakan GC. Hasil analisis menggunakan GC disajikan pada Gambar 2.

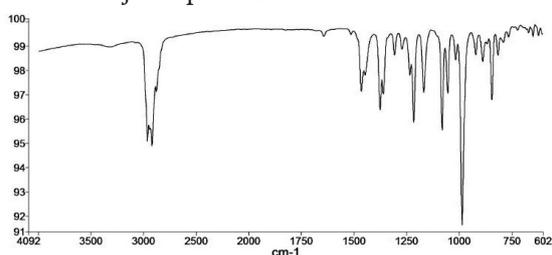


Gambar 2. Spektrum hasil analisis redistilasi menggunakan GC

Berdasarkan hasil analisis menunjukkan

bahwa kemurnian dari fraksi kedua hasil redistilasi sebesar 83,36%. Hal ini menunjukkan bahwa adanya peningkatan kadar dari 1,8-sineol sebesar 30,82% setelah dilakukan redistilasi. Hasil ini selanjutnya akan diuji aktivitasnya sebagai fumigan pada kutu beras. Dan apabila dilihat dari hasil kromatogramnya, nampak bahwa senyawa 1,8-sineol muncul pada puncak ke-7 dengan waktu retensi 6,992 menit.

Sebelum dilakukan uji aktivitas, perlu dilakukan terlebih dahulu analisis dengan menggunakan FT-IR dan $^1\text{H-NMR}$ sebagai data penunjang untuk destilat fraksi kedua pada redistilasi ketiga. Hasil analisis menggunakan FT-IR disajikan pada Gambar 3.

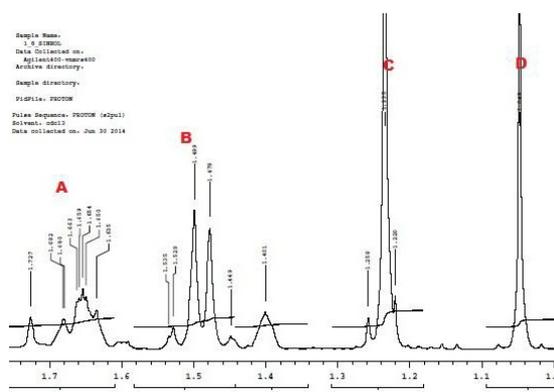


Gambar 3. Spektrum FT-IR hasil analisis senyawa 1,8-sineol hasil isolasi

Hasil analisis spektrometer FT-IR menunjukkan puncak serapan pada daerah yang dapat diketahui adanya pita-pita serapan yang menunjukkan vibrasi ulur dari gugus-gugus yang terdapat dalam senyawa 1,8-sineol. Berdasarkan Gambar 3, dapat terlihat adanya pita serapan yang menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus $-\text{CH}_2$ pada daerah bilangan gelombang $1446,76\text{ cm}^{-1}$ dan $1465,11\text{ cm}^{-1}$, pita serapan pada daerah bilangan gelombang $1360,36\text{ cm}^{-1}$, $1375,91\text{ cm}^{-1}$ dan $1306,49\text{ cm}^{-1}$ adalah vibrasi ulur dari gugus fungsi $-\text{CH}_3$, sedangkan untuk pita serapan pada daerah bilangan gelombang $2882,19\text{ cm}^{-1}$, $2967,77\text{ cm}^{-1}$ dan $2924,20\text{ cm}^{-1}$ adalah vibrasi ulur dari gugus fungsi $-\text{CH}$ alkana, dan untuk pita serapan pada daerah bilangan gelombang $1215,14\text{ cm}^{-1}$, $1234,05\text{ cm}^{-1}$ dan $1271,65\text{ cm}^{-1}$ adalah vibrasi ulur dari gugus fungsi $-\text{C-O}$. Dan apabila dibandingkan dengan standarnya, keduanya memiliki pita-pita serapan pada daerah-daerah yang sama.

Destilat yang sama, yakni destilat dari fraksi kedua dari hasil redistilasi ketiga selanjutnya dianalisis menggunakan $^1\text{H-NMR}$. Hasil analisis menggunakan $^1\text{H-NMR}$ dipaparkan pada Gambar 4. Hasil pengukuran spektrum $^1\text{H-NMR}$ untuk senyawa 1,8-sineol hasil isolasi dalam pelarut CHCl_3 menunjukkan adanya pergeseran kimia sebanyak empat lingkungan proton yaitu pada $\delta = 1,16\text{ ppm}$ (singlet, 1H), δ

$= 1,36\text{ ppm}$ (triplet, 3H), $\delta = 1,50\text{ ppm}$ (duplet, 2H), $\delta = 1,74\text{ ppm}$ (multiplet, 4H).



Gambar 4. Spektrum $^1\text{H-NMR}$ senyawa 1,8-sineol hasil isolasi

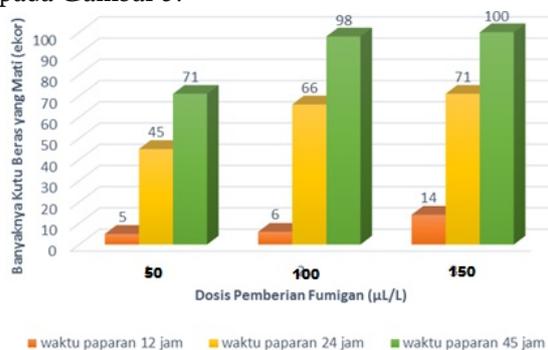
Ketidaksesuaian antara data hasil spektrum senyawa 1,8-sineol dengan teori pola pemisahannya dikarenakan beberapa faktor, diantaranya adalah adanya pengotor-pengotor yang ada dalam senyawa 1,8-sineol hasil isolasi. Hal ini mengacu pada hasil kemurnian dari senyawa 1,8-sineol yang hanya mencapai 83,86%, ini artinya masih ada sekitar 16,14% pengotor yang masih turut serta pada senyawa hasil isolasi, sehingga mempengaruhi hasil analisis menggunakan $^1\text{H-NMR}$.

Hasil yang diperoleh dari pemisahan senyawa 1,8-sineol dengan metode destilasi pengurangan tekanan selanjutnya diuji aktivitasnya sebagai fumigan pada kutu beras (*Sitophilus oryzae*). Identifikasi kemampuan senyawa 1,8-sineol sebagai fumigan pada kutu beras (*Sitophilus oryzae*) dilakukan dengan menghitung jumlah kutu yang mati dengan prosentase mortalitas dari kutu beras mencapai 100% dengan dipaparkan fumigan 1,8-sineol variasi waktu paparan 12, 24 dan 45 jam, serta variasi dosis fumigan yang digunakan yakni dengan dosis pemakaian 50, 100 dan $150\text{ }\mu\text{L/L}$.

Berdasarkan hasil pengamatan, diperoleh hasil mortalitas kutu beras (*Sitophilus oryzae*) sebesar 100% yakni pada waktu paparan 45 jam dengan dosis pemakaian fumigan sebanyak $150\text{ }\mu\text{L/L}$. Dosis $150\text{ }\mu\text{L/L}$ merupakan dosis minimum dan waktu paparan fumigan selama 45 jam adalah waktu paparan minimum yang harus diberikan agar dapat mematikan seluruh populasi kutu beras (*Sitophilus oryzae*) sebagai objek penelitian ini yang dalam hal ini adalah sebanyak 100 ekor.

Berdasarkan hasil pengamatan nampak bahwa semakin besar dosis fumigan yang diberikan dan semakin lama waktu paparan

yang dikenakan, maka jumlah kutu beras (*Sitophilus oryzae*) yang mati juga semakin banyak, untuk lebih lengkapnya akan dijelaskan pada Gambar 5.



Gambar 5. Peningkatan jumlah mortalitas kutu beras (*Sitophilus oryzae*)

Hal ini menunjukkan bahwa senyawa 1,8-sineol mampu menyebabkan mortalitas melalui sistem saluran pernafasan pada kutu beras (*Sitophilus oryzae*). Berdasarkan hasil tersebut di atas, maka senyawa 1,8-sineol mempunyai prospek untuk digunakan sebagai pengganti insektisida sintetik organik dalam mengendalikan hama-hama pada bahan pangan simpanan. Kelebihan senyawa 1,8-sineol sebagai fumigan adalah tidak meninggalkan residu pada beras, lebih ekonomis dan mudah penerapannya.

Simpulan

Senyawa 1,8-sineol dari minyak kayuputih dapat diisolasi dengan metode destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Kemurnian senyawa 1,8-sineol hasil isolasi sebesar 83,36%. Uji aktivitas senyawa 1,8-sineol hasil isolasi sebagai

fumigan menunjukkan tingkat mortalitas 100% pada dosis pemakaian fumigan sebanyak 150 µL/L dan waktu paparan fumigan selama 45 jam.

Daftar Pustaka

- Barton, A. 2000. *Industrial Uses of Eucalyptus Oil*. Karya Tulis Ilmiah. Murdoch: Universitas Murdoch
- Firdaus. 2011. *Teknik dalam Laboratorium Kimia Organik*. Makasar: Universitas Hasanudin
- Ho, L.B. 2003. *The Potential of 1,8-Cineole as a Fumigant for Stored Wheat*. Preceeding of the Australian Postharvest Technical Conference Canberra. Canberra: CSIRO Stored Grains Research Laboratory. June 25-27
- Koehler, P.G. 2003. *Management of Storage Grain and Peanut Pest*. Tersedia di <http://edis.ifas.ufl.edu> (diakses tanggal 21 Mei 2013)
- Rahman. 2007. Ethanolic Extract of Melgota (*Nacaranga Postulata*) for Repellent Insecticidal Activity Against Rice Weevil (*Sitophilus oryzae*). *Arf J. Biotechnology*, 6 (4): 379-384
- Sukandar, D., S. Hermanto & S. Nurichawati. 2007. *Karakterisasi Senyawa Aktif Pengendali Hama Kutu Beras (Sitophilus oryzae) dari Destilat Minyak Atsiri Pandan Wangi (P. Amaryllifolius Roxb.)*. Jurusan Kimia. Universitas UIN Syarif Hidayatullah. Jakarta
- Ummah, A.K. 2012. *Kajian Kondisi Komoditas, Serangga Hama Gudang dan Upaya Pengendaliannya (Studi tentang Penyimpanan Komoditas di Gudang Bulog 105 Bawen Sub Dolog Wilayah I Semarang)*. Universitas Diponegoro. Semarang