

**Sintesis Senyawa Organonitrogen Aromatik Berbasis Patchouli
Alkohol Melalui Reaksi Ritter dengan Benzonitril dan Uji
Aktivitasnya terhadap *Arthemia Salina* Leach.**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
dalam bidang kimia

oleh:

MEGA NURJAYANTI

0810920048-92



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2012**

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**Sintesis Senyawa Organonitrogen Aromatik Berbasis Patchouli
Alkohol Melalui Reaksi *Ritter* dengan Benzonitril dan Uji
Aktivitasnya terhadap *Arthemia Salina* Leach.**

Oleh:

**MEGA NURJAYANTI
0810920048-92**

**Setelah dipertahankan di Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang kimia**

Pembimbing I

**M. Farid Rahman S.Si, M.Si
NIP. 19700720 199702 1 001**

Pembimbing II

**Drs. Sutrisno, M.Si
NIP. 19620318 199002 1 001**

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**

**Dr. Sasangka Prasetyawan, M.S.
NIP. 19630404198701 1 001**

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : MEGA NURJAYANTI
NIM : 0810920048
Jurusan : KIMIA
Penulis skripsi berjudul :

Sintesis Senyawa Organonitrogen Aromatik Berbasis Patchouli Alkohol Melalui Reaksi Ritter dengan Benzonitril dan Uji Aktivitasnya terhadap *Arthemisia Salina* Leach.

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi ini adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang,
Yang menyatakan,

MEGA NURJAYANTI
NIM. 0810920048

Sintesis Senyawa Organonitrogen Aromatik Berbasis Patchouli Alkohol Melalui Reaksi *Ritter* dengan Benzonitril dan Uji Aktivitasnya terhadap *Arthemisia Salina* Leach.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui senyawa organonitrogen aromatik yang terbentuk dari reaksi *Ritter* antara patchouli alkohol dengan benzonitril serta mengetahui tingkat toksisitas dari senyawa tersebut. Patchouli alkohol diisolasi dari minyak nilam dengan distilasi menggunakan pengurangan tekanan. Reaksi *Ritter* dilakukan antara residu yang mengandung patchouli alkohol dengan benzonitril menggunakan katalis asam sulfat selama 24 jam tanpa pemanasan. Analisis senyawa dilakukan dengan spektrofotometer inframerah (IR) dan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM). Hasil kromatogram dari KG-SM menunjukkan bahwa distilasi menyebabkan peningkatan kadar patchouli alkohol dalam minyak nilam perdagangan dari 16,91% menjadi 65,25%. Reaksi *Ritter* pada penelitian ini menghasilkan patchouli benzamida dengan yield sebesar 5,48%. Senyawa hasil sintesis dilakukan uji toksisitas dengan *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) yang akan mendapatkan nilai *Lethality Concentration* (LC_{50}). BSLT menghasilkan nilai LC_{50} dari senyawa hasil sintesis sebesar 72,18 ppm.

Kata kunci: minyak nilam, reaksi Ritter, distilasi, patchouli alkohol, BSLT

Synthesis of Organonitrogen Aromatic Compounds from Patchouli Alcohol through Ritter Reaction with Benzonitrile and Its Activity Test to *Arthemiasalina* Leach.

ABSTRACT

This research intends to determine the aromatic organonitrogen compounds that can be formed through Ritter reaction between patchouli alcohol and benzonitrile and to know its toxicity. Patchouli alcohol was isolated from patchouli oil by distillation under reduced pressure. Ritter reaction was done by mixing residues that contains patchouli alcohol with benzonitril using sulfuric acid catalyst for 24 hours without heating. Compound analysis was performed by spectrophotometer infrared (IR) and Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS). Chromatogram resulted from GC-MS showed the distillation at elevated levels of patchouli alcohol in patchouli oil increase from 16.91% to 65.25%. In this research, Ritter reaction produced patchouli benzamida of 5,48%. The synthesized compounds was tested for its toxicity tests with Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) to show Lethality Concentration 50 (LC₅₀). The BSLT showed LC₅₀ value of the compounds synthesized of 72.18 ppm.

Key words: patchouli oil, Ritter reaction, distillation, patchouli alcohol, BSLT

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis Senyawa Organonitrogen Aromatik Berbasis Patchouli Alkohol Melalui Reaksi *Ritter* dengan Benzonitril dan Uji Aktivitasnya Terhadap *Arthemia Salina* Leach”. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan studi pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang. Penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. M. Farid Rahman, S.Si, M.Si dan Drs. Sutrisno, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran serta dengan sabar memberikan arahan dan nasehat.
2. Dr. Sasangka Prasetyawan, MS selaku dosen pembimbing akademik dan Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.
3. Dr. Rurini Retnowati, M. Si dan Drs.Suratmo, M.Sc selaku dosen peninjau.
4. Dr. Hermin Sulistyarti selaku dosen penguji.
4. Seluruh staf pengajaran kimia dan seluruh staf laboran kimia yang selalu dengan sabar mengarahkan segala kebutuhan dalam sistem akademik.
5. Orang tua tercinta dan seluruh keluarga yang senantiasa memberikan bimbingan, motivasi serta doa.
6. Sahabat-sahabat penulis, serta semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih terdapat kekurangan, sehingga penulis mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan skripsi ini. Besar harapan penulis semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

Malang, Februari 2012

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Minyak Nilam	5
2.2 Patchouli Alkohol	7
2.3 Distilasi dengan Pengurangan Tekanan	8
2.4 Reaksi <i>Ritter</i>	9
2.5 Analisis dengan <i>Fourier Transform Infrared Spectrometer</i> (FTIR)	11
2.6 Analisis dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM)	12
2.7 Uji Toksisitas dengan <i>Brine Shrimp Lethality Test</i>	13
2.8 <i>Artemia salina</i> Leach.	14
2.9 Hipotesis Penelitian	15
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	16
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	16
3.2.1 Bahan Sampel	16
3.2.2 Bahan Penelitian	16
3.2.3 Alat Penelitian	16
3.3 Tahapan Penelitian	17
3.4 Metode Kerja	17

3.4.1	Preparasi <i>starting material</i> patchouli alkohol dengan distilasi pengurangan tekanan	17
3.4.2	Sintesis senyawa organonitrogen aromatik melalui reaksi <i>Ritter</i>	17
3.4.3	Analisis senyawa hasil sintesis	18
3.4.3.1	Analisis dengan FTIR	18
3.4.3.2	Analisis dengan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa (KG-SM).....	18
3.4.4	Uji toksisitas senyawa dengan BSLT	19
3.4.4.1	Penetasan telur <i>A. salina</i>	19
3.4.4.2	Preparasi larutan uji.....	19
3.4.4.3	Pelaksanaan uji.....	19
3.4.5	Metode Analisis Data	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Isolasi Patchouli Alkohol dari Minyak Nilam	21
4.2	Sintesis Senyawa Organonitrogen Aromatik dengan reaksi <i>Ritter</i>	28
4.3	Uji Toksisitas dengan <i>Brine Shrimp Lethality Test</i>	36
BAB V PENUTUP		
5.1	Kesimpulan.....	39
5.2	Saran	39
DAFTAR PUSTAKA		40
LAMPIRAN		44

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1:	Struktur molekul kandungan minyak nilam	7
Gambar 2.2:	Reaksi <i>Ritter</i> secara umum.....	9
Gambar 2.3:	Reaksi <i>Ritter</i> dengan alkohol.....	9
Gambar 2.4:	Mekanisme reaksi <i>Ritter</i> secara umum	10
Gambar 2.5:	Tahap penetasan <i>Artemia salina</i> Leach.....	15
Gambar 4.1:	Kromatogram minyak nilam sebelum distilasi.....	22
Gambar 4.2:	Spektrum massa senyawa dengan waktu retensi 17,914 menit	23
Gambar 4.3:	Spektrum IR distilat	24
Gambar 4.4:	Struktur patchouli alkohol.....	25
Gambar 4.5:	Spektrum IR residu	25
Gambar 4.6:	Kromatogram minyak nilam dalam residu distilasi	26
Gambar 4.7:	Spektrum massa senyawa dengan waktu retensi 25,172 menit	27
Gambar 4.8:	Pola fragmentasi yang disarankan untuk patchouli alkohol	27
Gambar 4.9:	Spektrum IR senyawa hasil sintesis	31
Gambar 4.10:	Kromatogram campuran hasil sintesis	31
Gambar 4.11:	Spektrum massa senyawa penyusun hasil sintesis dengan waktu retensi 30,879 menit.....	30
Gambar 4.12:	Pola fragmentasi yang disarankan untuk patchouli benzamida	33
Gambar 4.13:	Pendugaan struktur patchouli benzamida.....	33
Gambar 4.14:	Spektrum massa senyawa penyusun hasil sintesis dengan waktu retensi 8,748 menit.....	34
Gambar 4.15:	Pola fragmentasi yang disarankan untuk α -patchoulena	34
Gambar 4.16:	Mekanisme dehidrasi patchouli alkohol.....	35
Gambar 4.17:	Struktur basa nitrogen	38
Gambar 4.17:	Struktur asam lisergat dan turunannya.....	38

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1: Spesifikasi persyaratan mutu minyak nilam	5
Tabel 2.2: Data senyawa penyusun minyak nilam.....	6
Tabel 2.3: Spektrum IR beberapa gugus fungsional molekul organik	11
Tabel 2.4: Kriteria toksisitas	13
Tabel 4.1: Komponen penyusun minyak nilam sebelum dilakukan distilasi	22
Tabel 4.2: Data serapan IR dari distilat	24
Tabel 4.3: Data Serapan IR dari residu distilasi	25
Tabel 4.4: Komponen penyusun minyak nilam setelah dilakukan distilasi	26
Tabel 4.5: Komponen penyusun campuran hasil sintesis	32
Tabel 4.6: Hasil perhitungan LC_{50} dari BSLT.....	37



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.	Diagram Alir Penelitian.....	46
Lampiran B.	Skema Kerja Tahapan Penelitian.....	47
B.1	Preparasi Minyak Nilam.....	47
B.2	Distilasi Minyak Nilam.....	47
B.3	Reaksi <i>Ritter</i>	48
B.4	Uji Toksisitas dengan Metode <i>Brine Shrimp Lethality Test</i>	50
B.4.1	Penyiapan sampel.....	50
B.4.2	Penyiapan larva <i>Artemia salina</i>	50
B.4.3	Pelaksanaan Uji.....	51
Lampiran C.	Perhitungan Preparasi Bahan Sintesis.....	51
C.1	Perhitungan Patchouli Alkohol.....	51
C.2	Perhitungan Benzonitril.....	52
C.3	Perhitungan Asam Sulfat.....	52
Lampiran D.	Perhitungan Yield Sintesis.....	53
Lampiran E.	Perhitungan Larutan Kontrol untuk Uji Toksisitas.....	54
Lampiran F.	Perhitungan pada Persiapan Larutan Uji untuk Uji Toksisitas.....	54
F.1	Pembuatan Larutan Uji 500 ppm.....	54
F.2	Pembuatan Larutan Uji 125 ppm.....	54
F.3	Pembuatan Larutan Uji 100 ppm.....	54
F.4	Pembuatan Larutan Uji 75 ppm.....	55
F.5	Pembuatan Larutan Uji 50 ppm.....	55
F.6	Pembuatan Larutan Uji 25 ppm.....	55
F.7	Pembuatan Larutan Uji 10 ppm.....	55
Lampiran G.	Perhitungan Hasil Uji Toksisitas.....	56
G.1	Perhitungan LC_{50} Patchouli Allkohol.....	56
G.2	Perhitungan LC_{50} Senyawa Hasil Sintesis.....	57
Lampiran H.	Spektrum Massa Patchouli Alkohol Standar.....	58
Lampiran I.	Spektrum Massa Patchoulena Standar.....	58
Lampiran J.	Gambar Penelitian.....	58
J.1	Minyak Nilam Perdagangan.....	58
J.2	Rangkaian Alat Distilasi dengan Pengurangan Tekanan.....	58
J.3	Residu Distilasi.....	59
J.4	Rangkaian Alat Reaksi <i>Ritter</i>	59

J.5	Campuran Hasil Sintesis	60
J.6	Uji Toksisitas dengan BSLT	60

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

