

PENINGKATAN KADAR EUGENOL PADA MINYAK ATSIRI CENGKEH DENGAN METODE SAPONIFIKASI-DISTILASI VAKUM

Machmud Lutfi H (L2C008074), Wisnu Jati N (L2C008112) dan Aprilina Purbasari,ST, MT
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro
Jln. Prof. Sudharto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460058
Pembimbing : Aprilina Purbasari,ST, MT

Abstrak

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari proses saponifikasi dan distilasi vakum untuk mengisolasi eugenol dalam minyak atsiri cengkeh dan mendapatkan kondisi operasi optimum dari proses ini. Eugenol merupakan senyawa yang banyak dipakai dalam industri parfum, penyedap, dan farmasi sebagai pencuci hama dan pembius lokal. Minyak atsiri cengkeh yang kini banyak dijual memiliki kadar eugenol atau kemurniannya 70%. Namun untuk industri dibutuhkan minyak dengan kadar eugenol paling rendah 90%. Sehingga diperlukan upaya yang efisien untuk memurnikannya, salah satunya dengan proses saponifikasi-distilasi vakum. Rancangan percobaan proses saponifikasi-distilasi vakum ini yaitu variasi normalitas NaOH dan suhu distilasi. Dengan variasinya adalah NaOH 0,3 sampai 1,2 N. Sedangkan untuk suhu distilasinya adalah (170, 195, 220)° C. Prosedur penelitian ini yaitu diawali dengan pencampuran minyak atsiri cengkeh 70% dengan NaOH dalam mixer, kemudian setelah homogen didiamkan hingga terbentuk lapisan air dan Na-eugenol. Lapisan air yang terbentuk dipisahkan dari Na-eugenol. Lalu untuk Na-eugenol ditambahkan HCl sampai pH 3-4. Kemudian lapisan atas berupa eugenol 80% dimasukkan ke labu distilasi dan lalu didistilasi dengan suhu sesuai variable dan tekanan vakum 6×10^{-2} kPa. Dari hasil distilasi vakum didapat massa eugenol terbesar pada suhu distilasi 220° C dengan berat 33,13 gram dan kadar 89,65%.

Kata Kunci : minyak atsiri cengkeh, eugenol, saponifikasi, distilasi

Abstract

The purpose of this research is to study the saponification and vacuum distillation process to isolate eugenol from clove essential oils and get the optimum condition from this process. Eugenol is a compound that is used in many industries, such as perfume, flavouring, pesticides and anesthetic. In this era, the clove essential oils are available in market including 70% of eugenol. But the industry needs more than 90% eugenol included. So, we need the efficiency process to increase its purity. And the process we use in this research is saponification-vacuum distillation. The experimental design used in this research is the variation of NaOH normality and the temperature operation of distillation. The NaOH normalities are from 0,3 to 1,2 N, and the temperature operation of distillation are 170°, 195°, 220° C. The procedure of this research is mixing 70% clove essential oils with NaOH. After the solution has become homogeneous, let it stand into two layers, water and Na-eugenol. Separate the organic layer, and add HCl to the Na-eugenol till the pH down into 3-4. And then separate them. The higher layer that is 80% eugenol is entered to the distillation tube. Run the distillation process with fixed temperature and vacuum pressure (6×10^{-2} kPa). After distillation process we got the weightest mass of eugenol at the temperature 220° C that the mass is 33,13 grams and the percentages of the mass is 89,65%.

Keywords: clove essential oil, eugenol, saponification, distillation

PENDAHULUAN

Minyak atsiri atau disebut juga dengan *essential oils*, *etherial oils* atau *volatile oils* adalah komoditi ekstrak alami dari jenis tumbuhan yang berasal dari daun, bunga, kayu, biji-bijian bahkan putik bunga. Minyak Atsiri merupakan suatu minyak yang mudah menguap, biasanya terdiri dari senyawa organik yang bergugus alkohol, aldehid, keton dan berantai pendek. Beberapa contoh minyak atsiri yaitu minyak cengkeh, minyak sereh, minyak kayu putih, minyak lawang dan dan lain-lain (Firdaus,2009). Setidaknya ada 150 jenis minyak atsiri yang selama ini diperdagangkan di pasar internasional (Gunawan, 2009).

Cengkeh adalah tangkai bunga kering beraroma dari keluarga pohon *Myrtaceae*. Cengkeh adalah tanaman asli Indonesia, banyak digunakan sebagai bumbu masakan pedas di negara-negara Eropa, dan sebagai bahan utama pembuatan rokok kretek khas Indonesia. Salah satu pemanfaatan cengkeh adalah diambil minyaknya. Minyak cengkeh termasuk salah satu jenis minyak atsiri yang terdapat di Indonesia dan merupakan komoditas ekspor.

Minyak daun cengkeh mudah diperoleh karena Indonesia merupakan penghasil rempah-rempah terbesar di dunia (di antaranya cengkeh). Pada tahun 2000 kebutuhan minyak cengkeh dunia mencapai 2080 ton dan Indonesia merupakan negara terbesar dalam suplai pemenuhan kebutuhan minyak cengkeh dunia sebanyak 1317 ton atau 60% kebutuhan dunia (Deperindag, 2001). Hal ini menjadikan kontinuitas usaha penyulingan minyak cengkeh ini akan tetap terjaga dan mempunyai nilai bisnis yang tinggi.

Minyak daun cengkeh hasil penyulingan dari petani mempunyai kadar eugenol antara 70-80%, sedangkan untuk industri dibutuhkan minyak dengan kadar eugenol paling rendah 90%. Saat ini, minyak cengkeh dengan kadar eugenol 70% mempunyai kisaran harga Rp 150.000,- s.d. Rp 160.000,-/kg, sedangkan untuk minyak cengkeh dengan kadar eugenol $\pm 90\%$ berharga mulai dari harga Rp 300.000,-/lt. Produk minyak cengkeh yang beredar di pasaran saat ini didominasi dengan minyak cengkeh kadar eugenol 70%. Oleh karena itu perlu dilakukan tindakan lanjut untuk mendapatkan minyak cengkeh dengan kadar eugenol minimal 90% sehingga memiliki nilai ekonomis dari yang tinggi. Metode yang dipilih penulis untuk meningkatkan kualitas dan kuantitas Minyak Daun Cengkeh yaitu metode saponifikasi-distilasi vakum. Saponifikasi dimaksudkan untuk mengisolasi kadar eugenol, sedangkan distilasi vakum bertujuan untuk memisahkan minyak cengkeh dengan komponen lain berdasarkan titik didihnya pada tekanan di bawah 1 atm.

Berdasarkan uraian di atas, dapat kami simpulkan bahwa untuk mendapatkan nilai jual minyak atsiri cengkeh yang lebih tinggi diperlukan upaya peningkatan kadar eugenol dengan cara produksi yang lebih sederhana, kemurnian produk lebih tinggi, dan lebih hemat energi. Tujuan dari penelitian ini adalah Mempelajari proses saponifikasi dan distilasi vakum, mengkaji pengaruh normalitas NaOH (saponifikasi) dan suhu distilasi serta mendapatkan kondisi optimum untuk mendapatkan kadar eugenol tertinggi dengan volume terbesar. Dengan adanya penelitian ini diharapkan dapat diperoleh kadar eugenol yang lebih tinggi dari minyak atsiri cengkeh, memberikan metode alternatif bagi masyarakat dengan adanya pemurnian eugenol dari minyak atsiri cengkeh dan dapat meningkatkan nilai ekonomi dari ukm minyak atsiri cengkeh.

METODE PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: minyak atsiri cengkeh 70%, larutan NaOH, larutan HCl, dan aquades.

Alat-alat yang digunakan adalah mixer, labu leher tiga, kondensor, kompor, pompa vakum, termometer, piknometer, beaker glass, timbangan, tabung reaksi, refraktometer

Dalam penelitian ini, digunakan 2 variabel berubah yang diuji. Variabel tersebut adalah normalitas NaOH dalam proses saponifikasi (0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1; 1,1; 1,2 N) dan suhu distilasi (170°C ; 195°C ; 220°C). Dengan variabel tetap perbandingan volume minyak atsiri dengan volume NaOH yaitu 1:1,1 dan waktu distilasi 30 menit serta tekanan vakum 6×10^{-2} Pa.

Langkah-langkah percobaan dibagi dalam dua tahapan proses, yaitu proses saponifikasi dan proses distilasi vakum. Dalam proses saponifikasi ini pemurnian eugenol minyak atsiri cengkeh dimulai dengan mencampur minyak atsiri cengkeh dengan NaOH sesuai dengan perbandingan yang ditetapkan. Setelah campuran homogen, kemudian didiamkan selama 1 hari hingga terbentuk dua lapisan yaitu lapisan bawah yang berupa Na-eugenolat (aqueous layer) dengan lapisan atas yang berupa senyawa organik (organic layer). Pisahkan kedua lapisan lalu hitung volume dan densitas aqueous layer dari tiap variabel normalitas NaOH. Kemudian buat grafik hubungan normalitas dengan volume aqueous layer. Setelah itu dapat dilihat normalitas terbaik untuk dijadikan variabel tetap pada proses selanjutnya. Setelah itu dilakukan proses distilasi vakum yaitu Na-eugenolat yang didapat dari massa NaOH optimum pada tahap pertama ditambahkan HCl sampai didapatkan pH 3-4. Kemudian dimasukkan ke dalam labu leher tiga/ketel distilasi. Campuran ini dipanaskan dan pompa vakum dihidupkan sesuai dengan kondisi operasi pada rancangan penelitian yang telah ditentukan. Setelah temperatur pada ketel distilasi mencapai suhu yang diinginkan, baru dihitung waktu ke-nol dan kondisi operasi dijaga konstan. Setelah dilakukan selama 30 menit didapatkan hasil distilasi ini berupa eugenol sebagai distilat dan NaCl sebagai residu. Eugenol yang didapat dianalisa densitas dan kadarnya dengan analisis Gas Chromatography.

Data-data yang didapat berupa volume, densitas dan kadar eugenol ini diolah dengan menggunakan grafik. Grafik yang digunakan adalah grafik hubungan kadar eugenol dengan suhu, hubungan volume dengan suhu dan hubungan massa eugenol dengan suhu. Untuk menentukan suhu terbaik digunakan grafik hubungan massa eugenol dengan suhu.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari penelitian ini didapatkan hasil percobaan seperti pada tabel 4.1 dan tabel 4.2 di bawah ini

Tabel 1. Hasil Percobaan Proses Saponifikasi

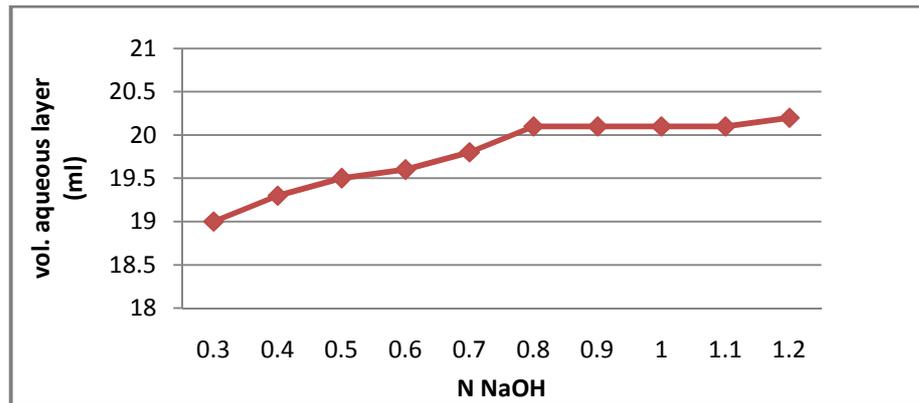
No.	N NaOH	Vol. Aqueous layer (ml)	Densitas (gr/ml)	Vol. Organic layer (ml)
1	0.3	19	1.048	23
2	0.4	19.3	1.05	22.7
3	0.5	19.5	1.051	22.5
4	0.6	19.6	1.053	22.4
5	0.7	19.8	1.058	22.1
6	0.8	20.1	1.062	21.9
7	0.9	20.1	1.061	21.9
8	1	20.1	1.062	21.9
9	1.1	20.1	1.061	21.9
10	1.2	20.2	1.061	21.8

Tabel 2. Hasil Percobaan Proses Distilasi Vakum

	variabel	variabel	variabel
volume awal (ml)	50	50	50
tekanan vakum (kPa)	6×10^{-2}	6×10^{-2}	6×10^{-2}
suhu distilasi ($^{\circ}\text{C}$)	220	195	170
waktu distilasi (menit)	30	30	30
volume distilat (ml)	35,5	23,5	9,5
densitas distilat (gr/ml)	1,041	1,036	1,015
kadar eugenol distilat (%)	89.65	90.2	89.03
β -caryophyllene (%)	3.27	2.09	2.1

Pengaruh normalitas NaOH dalam proses saponifikasi dengan aqueous layer

Dari data pada tabel 4.1 dapat dilihat bahwa semakin tinggi kadar NaOH, volume aqueous layer yang terbentuk semakin besar. Hal ini dikarenakan belum habisnya salah satu reaktan (NaOH ataupun minyak daun cengkeh) untuk bereaksi. Namun setelah penambahan NaOH dengan normalitas 0,8 N mulai didapatkan volume aqueous layer yang cenderung konstan, dimana terlihat pada gambar 4.1, grafik menunjukkan kurva mendatar yang stabil setelah melewati normalitas 0,8 N. Hal tersebut dikarenakan telah habisnya reaktan untuk bereaksi dan Na-eugenolat yang terbentuk sudah bisa dikatakan maksimal. Dengan kata lain, untuk penambahan konsentrasi NaOH diatas 0,8 N tidak akan berpengaruh secara signifikan terhadap terbentuknya Na-eugenolat.



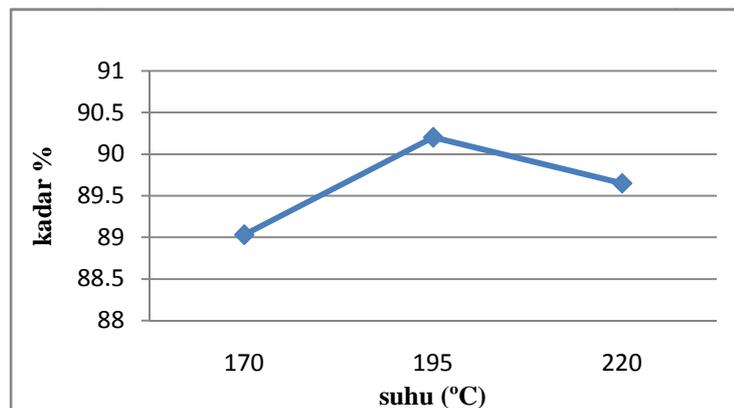
Gambar 1. Grafik hubungan N NaOH dengan volume aqueous layer

Dengan melihat hasil percobaan tersebut, dimana volume Na-eugenolat yang terbentuk mulai konstan pada normalitas NaOH 0,8, maka untuk proses selanjutnya digunakan variable tetap yaitu NaOH 0,8 N untuk ditambahkan HCl yang kemudian dilanjutkan proses distilasi vakum.

Pengaruh suhu operasi distilasi vakum terhadap kadar eugenol pada distilat

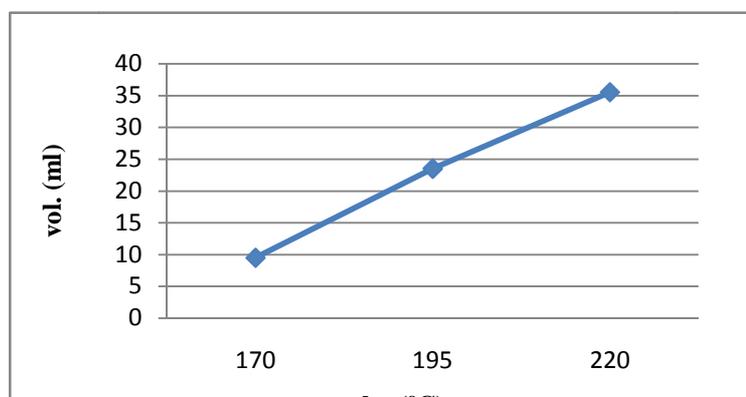
Berdasarkan data percobaan pada tabel 4.2, dapat diketahui bahwa kadar eugenol untuk suhu operasi terendah (170 °C) mampu menghasilkan kadar eugenol 89,03 %. Pada kondisi operasi pada suhu 195 °C didapatkan kadar eugenol sebesar 90,20 %. Sedangkan untuk suhu operasi 220 °C menghasilkan kadar eugenol 89,95 %. Dari data tersebut dapat dilihat bahwa kadar eugenol tertinggi justru didapat pada suhu 195 °C. Hal ini dapat dijelaskan dengan membandingkan kadar β -caryophyllene yang terdapat pada variable 1,2 dan 3. Dimana untuk variable 1(220 °C) terdapat β -caryophyllene sebesar 3,27% sedangkan untuk variable 2(195 °C) dan 3 (170 °C) kadar β -caryophyllene masing-masing sebesar 2,09 dan 2,1 %.

Kadar β -caryophyllene yang lebih tinggi pada variable 1 ini disebabkan karena pada suhu operasi yang lebih tinggi β -caryophyllene akan menguap lebih banyak sehingga akan mengurangi kemurnian eugenol. Seperti diketahui bahwa boiling point untuk β -caryophyllene adalah 264 °C pada tekanan 1 atm sedangkan eugenol pada tekanan yang sama adalah 254 °C. Sehingga berdasarkan hasil percobaan didapatkan bahwa kadar eugenol yang maksimal pada suhu distilasi 195 °C.



Gambar 2. Kurva hubungan suhu distilasi vs kadar eugenol

Jika melihat hasil tersebut secara keseluruhan, kadar eugenol yang dihasilkan pada proses distilasi vakum tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan untuk tiap variable suhu. Yang justru jelas perbedaannya adalah dilihat dari sisi volume yang dihasilkan. Seperti dapat dilihat pada grafik dibawah ini:



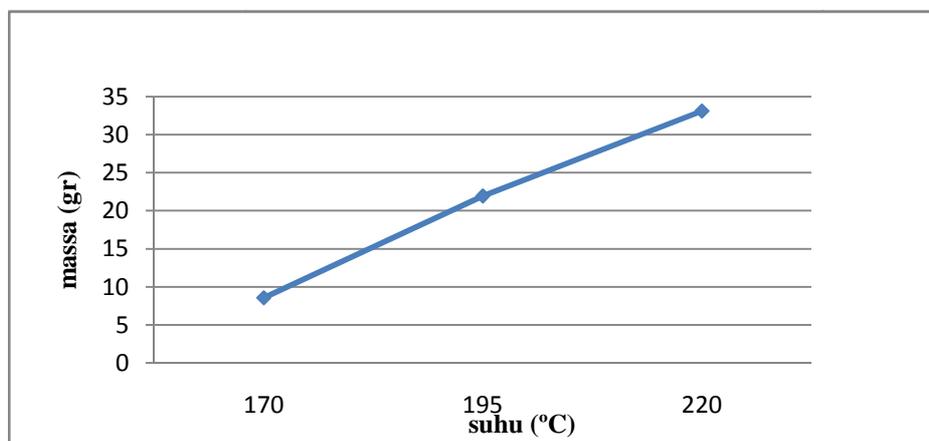
Gambar 3. Kurva hubungan suhu distilasi dengan volume distilat

Dari grafik dapat diketahui bahwa volume distilat eugenol semakin besar dengan semakin meningkatnya suhu distilasi. Hal ini karena dengan semakin meningkatnya suhu, maka laju penguapan distilat akan semakin besar. Sehingga pada rentang waktu dan tekanan vakum yang sama akan didapatkan volume distilat yang lebih besar pada suhu yang lebih tinggi.

Kondisi operasi untuk mendapatkan volume dan kadar eugenol optimum

Untuk mendapatkan hasil yang optimum, diperlukan suatu kondisi operasi tertentu. Kondisi operasi tertentu untuk penelitian ini dibatasi pada normalitas NaOH pada proses saponifikasi dan suhu distilasi pada proses distilasi vakum. Sedangkan untuk hasil dibatasi pada volume dan kadar yang bisa didapat setelah minyak atsiri diproses melalui proses saponifikasi distilasi vakum. Pada proses saponifikasi, seperti dijelaskan pada poin pertama dalam pembahasan ini, normalitas NaOH yang paling baik adalah 0,8. Karena pada normalitas tersebut reaktan untuk bereaksi NaOH telah habis dan Na-eugenolat yang terbentuk sudah bisa dikatakan maksimal. Sehingga dengan penambahan NaOH selanjutnya, tidak akan berpengaruh secara signifikan.

Proses saponifikasi dilanjutkan dengan proses distilasi vakum. Pada proses ini, kondisi operasi terbaik dapat dilihat dengan melihat grafik dimana didapatkan massa eugenol terbanyak. Massa eugenol ini didapatkan dari kadar eugenol teranalisa dikalikan dengan massa larutan hasil distilasi. Hasil dari percobaan dan perhitungan diketahui bahwa pada suhu 170 °C didapatkan massa eugenol sebesar 8,58 gram, pada suhu 195 °C adalah 21,96 gram dan pada 220 °C didapatkan massa sebesar 33,13 gram. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada gambar 4.4.



Gambar 4. Kurva hubungan suhu distilasi dengan massa eugenol

Sehingga dengan melihat grafik pada gambar 4.4 diatas dapat diketahui bahwa massa eugenol tertinggi didapatkan pada suhu 220 °C. Dimana pada suhu tersebut massa yang didapat adalah sebesar 33,13 gram. Pada suhu ini juga didapatkan kadar yang cukup tinggi yaitu sebesar 89,65 %.

Selain dengan melihat grafik pada gambar 4.4, dapat dibandingkan densitas minyak atsiri sesuai SNI 06-2387-2006 pada tabel 2.1 dengan data hasil percobaan pada tabel 4.2. Dengan membandingkannya maka akan didapat variabel 1 dan 2 yang memenuhi syarat, sedangkan variabel 3 tidak memenuhinya. Jadi dapat disimpulkan bahwa dengan melihat data yang didapat berdasar percobaan, kondisi operasi terbaik untuk operasi distilasi vakum pada tekanan 6×10^{-2} kPa adalah pada suhu 220 °C.

KESIMPULAN

Normalitas NaOH yang paling baik untuk saponifikasi berdasar percobaan adalah sebesar 0,8 N. Pada normalitas NaOH tersebut semua reaktan pada minyak daun cengkeh akan habis dan Na-eugenolat yang terbentuk bisa dikatakan maksimal. Hal tersebut nampak dari grafik hubungan volume Na-eugenolat (aqueous layer) dengan normalitas NaOH.

Suhu distilasi berpengaruh pada semakin meningkatnya kadar eugenol pada distilat yang didapat namun akan menurun pada suhu dimana β -caryophyllene menguap semakin banyak. β -caryophyllene ini akan mengurangi kemurnian eugenol pada suhu yang lebih tinggi.

Volume distilat dipengaruhi suhu distilasi, dimana semakin tinggi suhu distilasi, maka akan didapat volume distilat yang semakin besar. Hal ini disebabkan karena dengan meningkatnya suhu, maka laju penguapan distilat akan semakin besar. Sehingga pada rentang waktu dan tekanan vakum yang sama akan didapatkan volume distilat yang lebih besar pada suhu yang lebih tinggi.

Kondisi operasi distilasi vakum pada tekanan vakum 6×10^{-2} kPa yang terbaik pada percobaan dengan melihat hasil data percobaan adalah pada suhu 220° C. Dimana pada suhu tersebut didapatkan kadar eugenol 89,65% dan volume sebesar 35,5 ml. Pada volume dan kadar tersebut didapatkan massa eugenol sebesar 31,33 gram.

DAFTAR PUSTAKA

- Deperindag. 2010. *Kebutuhan Minyak Cengkeh Dunia*. Jakarta : Departemen Perdagangan dan Perindustrian Indonesia.
- Firdaus, I. 2009. *Analisis Total Minyak Atsiri*. Jakarta : Penebar Swadaya.
- Golmakani, Mohammad-Taghi, Karamatollah Rezaei. 2007. *Comparison of microwave-assisted hydrodistillation method in the extraction of essential oils from Thymus vulgaris L*. Food Chemistry 109, 925-930.
- Guenther, E. 1990. *The Essential Oils*. London : D. Van Nostrand Company, Inc.
- Gunawan, D., Mulyani, S. 2004. *Ilmu Obat Alam (Farmakognosi)*. Jakarta : Penebar Swadaya.
- Gunawan, W, 2009. *Kualitas dan Nilai Minyak Atsiri, Implikasi Pada Pengembangan Turunannya*. Semarang.
- Kardinan, A. 2005. *Tanaman Penghasil Minyak Atsiri*. Bandung : Agro Media Pustaka
- Lutony, T.L dan Y. Rahmayati. 2002. *Produksi dan Perdagangan Minyak Atsiri*. Jakarta : Penebar Swadaya.
- Manurung ,T. 2010. *Eksportir Minyak Atsiri Indonesia*. Jakarta : The Indonesian Essential Oil Trade Association / Indessota)
- Marine Municipal. 2008. *Clove Oil*. Water District Vegetation Management Plan Herbicide Risk Assessment.
- Masango, P. 2004. *Cleaner production of essential oils by steam distillation*. Journal of Cleaner Production 13, 833-839.
- Moustafa, N.E. 2008. *Prediction Gas Chromatographic Retention Times On Pona Column For Some Petroleum Components Based On Linear Solvation Relationships*. Egypt Petroleum Research Institute.
- Perry, R.H. 2008. *Perry's Chemical Engineers Handbook*. Mc Graw-Hill Companies.
- SNI 06-2387-2006. *Minyak Daun Cengkih*. Badan Standarisasi Nasional Indonesia.