

Peningkatan Rendemen Dan Komposisi Citronelal pada Minyak Daun Jeruk Purut Melalui Optimasi Laju Alir Kondensat

Vivi Nurhadianty*, Diki Andika Adi Sulaeman, Delta Nazala Hamdalla, dan Chandrawati Cahyani

¹Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Brawijaya Jalan Mayjen Haryono
167 Malang 65145- Telp (0341) 5887710
e-mail: *ccahyani@yahoo.com , *vivi_nurhadian@ub.ac.id

Abstrak

Minyak atsiri daun jeruk purut diisolasi menggunakan metode distilasi uap. Dalam proses distilasi uap, perolehan minyak dapat dimaksimalkan melalui optimalisasi laju alir kondensat. Laju kondensat berkaitan dengan besarnya laju uap dimana laju uap akan mempengaruhi besarnya panas yang diberikan pada bahan dan besarnya tekanan uap air dalam kolom distilasi saat proses distilasi sedang dilakukan. Penyulingan dilakukan dengan seperangkat alat distilasi uap. Rangkaian alat terdiri atas boiler, kolom distilasi, kondensor, dan penampung distilat, dan labu florentine. Bahan yang digunakan berupa daun jeruk purut. Penyulingan dilakukan pada kondisi tekanan atmosferik. Penyulingan dilakukan selama 6 jam dengan variasi laju alir kondensat 1 L/jam, 2 L/jam, dan 3 L/jam. Distilat yang diperoleh akan ditampung dan minyak dalam distilat akan dipisahkan menggunakan labu Florentine dan penyaringan vakum. Pengujian terdiri atas pengukuran rendemen dari proses distilasi dan pengujian kualitatif untuk mengetahui komposisi senyawa dalam minyak atsiri melalui analisa Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). Rendemen yang dihasilkan pada laju kondensasi 1 L/jam, 2 L/jam, dan 3 L/jam secara berturut-turut sebesar 0,31%, 0,40%, dan 0,39%. Laju alir kondensat 2 L/jam merupakan laju alir paling optimum dengan rendemen 0,40% serta komposisi senyawa mayor citronellal 57,38%; linalool 6,4%; isopulegol 15,52%; terpeniol 5,17%; sitronelil asetat 3,22%; dan sitronelol 4,81%.

Kata kunci— Daun jeruk purut, distilasi, minyak atsiri, laju alir kondensat, rendemen, komposisi mayor.

Abstract

Optimization of Yield and Composition of Kaffir Lime's Leaf Oil Through Optimization of Condensate Flow Rate. Essential oils of kaffir lime leaves are isolated using the steam distillation method. In the steam distillation process, the amount of oil that can be obtained from the material can be maximized through the optimization of the condensate flow rate. The condensate rate is related to the amount of the steam rate where the steam rate will affect the amount of heat given to the material and the amount of water vapor pressure in the distillation column when the distillation process is being carried out. Distillation is carried out with a set of steam distillation devices. The device circuit consists of a boiler, distillation column, condenser, and distillate container, and florentine pumpkin. The material used is in the form of kaffir lime leaves. Distillation is carried out under atmospheric pressure conditions. Distillation is carried out for 6 hours with variations in the flow rate of condensate 1 L / hour, 2 L / hour, and 3 L / hour. The distillate obtained will be accommodated and the oil in the distillate will be separated using Florentine flasks and vacuum filtration. The test consisted of measurements of yield from the distillation process and qualitative testing to determine the composition of compounds in essential oils through analysis of Gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). The yield produced at the condensation rate is 1 L / hour, 2 L / hour, and 3 L / hour respectively 0.31%, 0.40% and 0.39%. The condensate flow rate of 2 L / hour is the most optimum flow rate with a yield of 0.40% and the composition of the citronellal major compound 57.38%; linalool 6.4%; isopulegol 15.52%; terpeniol 5.17%; cytronelyl acetate 3.22%; and citronellol 4.81%.

Keywords— kaffir lime leaves, distillation, essential oil, condensate flowrate, yield, composition

1. PENDAHULUAN (INTRODUCTION)

Minyak atsiri adalah komoditi ekstrak alami dari jenis tumbuhan yang berasal dari daun, bunga, kayu, biji-bijian bahkan putik [1]. Salah satu tanaman yang menghasilkan minyak atsiri adalah jeruk purut. Senyawa volatil yang terkandung didalam jeruk purut terdiri dari *citonellal*, *β-myrcene*, *limonene*, *terpentin-4-ol*, *citronellol*, *citronellyl asetat*, *geranial*, *geranial asetat*, *β-pinene* dan *neral* dimana semuanya termasuk grup monoterpenoid [2]. Minyak atsiri yang diperoleh dari daun jeruk purut banyak digunakan dalam industri makanan, minuman, farmasi, perisa, parfum, pewarna, dan lain sebagainya. Dalam industri pangan, minyak jeruk purut banyak digunakan sebagai pemberi cita rasa dan aroma dalam produk makanan olahan.

Terdapat beberapa cara dalam isolasi minyak atsiri yaitu: pengempaan, ekstraksi menggunakan pelarut, dan distilasi. Sitronelal yang merupakan senyawa dominan dalam minyak atsiri daun jeruk purut memiliki titik didih yang tinggi sebesar 201-207°C serta kelarutan yang sangat rendah terhadap air baik air dingin maupun air panas oleh karena itu, distilasi adalah proses yang tepat untuk mendapatkan minyak atsiri daun jeruk purut [4]. Dalam distilasi, hasil distilasi yang didapat akan dipengaruhi oleh laju uap, tekanan uap, kontak uap, ukuran bahan, desain alat, dan beda temperatur antara uap dan air kondensasi yang digunakan untuk proses penyulingan minyak atsiri. Salah satu cara yang dapat digunakan untuk meningkatkan hasil distilasi adalah dengan menentukan laju alir kondensat optimum dalam proses distilasi.

Laju alir kondensat selalu dipengaruhi oleh laju alir uap yang melewati kolom distilasi. Persamaan yang berlaku dalam hal ini dapat dilihat dalam persamaan berikut:

$$\hat{m}_{\text{kondensat}} \approx \hat{m}_{\text{uap}}$$

Semakin tinggi laju alir uap, maka semakin cepat kenaikan suhu dari minyak yang terkandung dalam tanaman karena laju perpindahan panas juga semakin cepat. Pada proses distilasi yang dapat diasumsikan sebagai sistem yang tunak, di mana massa dalam sistem berjumlah konstan. Dalam kondisi sistem tersebut, berlaku persamaan neraca energi sebagai berikut:

$$\begin{aligned} Q_{uap} &= UA\Delta T \\ m_{uap}\Delta\hat{H}_{uap} &= UA\Delta T \quad [4] \end{aligned}$$

Dimana m_{uap} merupakan laju alir uap, H entalpi uap, U adalah koefisien perpindahan panas *overall*, A luas permukaan bahan dan ΔT merupakan perubahan suhu.

Dengan demikian semakin tinggi laju uap, maka semakin tinggi pula panas yang dapat dipindahkan pada minyak atsiri sehingga menyebabkan semakin cepat kenaikan suhu pada minyak atsiri dalam tanaman [5]. Apabila ditinjau dengan perumpamaan bahwa uap dalam distilasi merupakan gas ideal, maka akan diperoleh persamaan:

$$P = \frac{n \cdot R \cdot T}{V} \quad (2.12)$$

Dimana P merupakan tekanan, n jumlah mol zat, T temperature dan V volume zat.

Dari persamaan diatas, dapat diketahui bahwa semakin suhu, maka tekanan total (P_{total}) pada air akan semakin tinggi. Hal ini dikarenakan tekanan berbanding lurus terhadap suhu, dimana semakin tinggi laju uap maka akan semakin tinggi pula suhu yang dihasilkan [5].

Dengan adanya peningkatan tekanan uap air akibat kenaikan suhu maka jumlah minyak atsiri dalam fase uap akan menurun. Proporsionalitas antara jumlah masing-masing komponen dan tekanan dalam fase uap dapat dilihat pada persamaan berikut:

$$\frac{n_{\text{oil}}}{n_{\text{water}}} = \frac{P_{\text{oil}}}{P_{\text{water}}}$$

dimana N_{oil} adalah jumlah mol minyak dalam fase uap (mol) dan N_{water} adalah jumlah mol air dalam fase uap [6].

2. METODE PENELITIAN (MATERIALS AND METHODS)

2.1 Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan selama penelitian berupa daun jeruk purut yang didapatkan dari pasar besar Kota Wisata Batu serta natrium anhidrat yang digunakan untuk dehidrasi minyak daun jeruk purut.

Alat yang digunakan berupa serangkaian alat destilasi uap yang terdiri dari boiler, kolom destilasi, kondensor, bak kondensor, pompa sirkulasi, beaker glass dan tabung Florentine. Analisa komposisi dilakukan di laboratorium MIPA Universitas Negeri Malang menggunakan GC-MS SHIMADZU tipe QP2010 PLUS.

2.2 Prosedur penelitian

Daun jeruk purut dengan massa 5 kg dimasukkan kedalam kolom distilasi dan ditutup dengan rapat. Selanjutnya uap air dari boiler dialirkan ke dalam kolom destilasi. Laju alir kondensat divariasikan dengan cara mengatur jumlah uap yang masuk dari boiler menggunakan *valve* dari boiler hingga diperoleh kondensat dengan laju alir 1,0; 2,0; dan 3,0 L/jam. Uap yang telah melewati kolom destilasi dan telah membawa minyak atsiri selanjutnya menuju kondensor untuk dikondensasi sehingga kembali berwujud cair dan ditampung didalam wadah tertutup untuk mencegah penguapan minyak atsiri. Minyak atsiri daun jeruk purut yang dihasilkan dari proses destilasi memiliki kandungan air yang sangat tinggi. Oleh karena itu minyak atsiri dipisahkan dari air dengan menggunakan tabung florentine dan ditambahkan dengan dehidrasi menggunakan natrium sulfat anhidrat sehingga minyak atsiri akan bebas dari air.

2.3 Analisa rendemen dan komposisi

Rendemen minyak merupakan perbandingan antara massa minyak daun jeruk purut yang diperoleh dengan massa total bahan. Persamaan yang digunakan untuk menghitung nilai rendemen adalah sebagai berikut:

$$\text{Rendemen Minyak (\%)} = \frac{\text{Massa Minyak (gr)}}{\text{Massa Bahan Baku (gr)}} \times 100\%$$

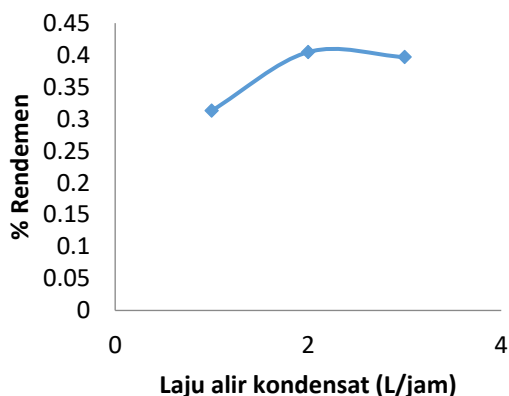
Analisis komponen minyak atsiri dilakukan dengan metode kromatografi gas dan spektrometri massa (GC-MS). Kondisi operasi alat GC-MS yang digunakan dalam penelitian ini diatur dengan temperatur oven kolom 80 °C, tekanan 100 kPa dan suhu injeksi sebesar 250 °C. gas pembawa berupa Helium dengan laju alir kolom sebesar 1,46 mL/ menit dan laju alir total 588.8 mL/menit.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN (RESULT)

3.1 Pengaruh Laju Kondensat Terhadap Rendemen

Rendemen dari isolasi minyak atsiri dapat dihitung melalui hubungan antara massa minyak atsiri yang didapat dan massa bahan baku yang digunakan dalam isolasi [7]. Laju kondensat memiliki hubungan yang sangat erat terhadap laju alir uap yang melewati sistem dimana uap dalam proses distilasi memiliki dua peranan penting yaitu sebagai penyedia sumber panas maupun sebagai medium pembawa minyak yang teruapkan dari bahan [8].

Pengaruh laju alir kondensat dalam destilasi minyak atsiri daun jeruk purut dilakukan pada tiga variabel yaitu, 1 L/jam ; 2 L/jam ; dan 3 L/jam dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1 Grafik % rendemen terhadap laju alir

Pada gambar 4.1 nilai rendemen pada laju alir kondensat 1 L/jam; 2 L/jam dan 3 L/jam secara berurutan adalah 0.31%; 0.40% dan 0.39%. Dari hasil penelitian ini didapatkan bahwa rendemen mengalami peningkatan dari laju alir kondensat 1L/jam ke laju alir kondensat 2 L/ jam dan kemudian mengalami penurunan pada laju alir kondensat 3 L/ jam.

Pada laju alir kondensat 1 L/jam memiliki tingkat rendemen terendah bila dibandingkan dengan laju alir kondensat yang lain. Hal dikarenakan laju massa uap panas yang masuk kedalam sistem tergolong lebih rendah sehingga kontak antara uap dengan daun jeruk purut juga lebih sedikit dan menyebabkan panas yang diterima oleh sistem tidak cukup besar sehingga proses pelepasan minyak atsiri yang terkandung di dalam daun jeruk purut tidak maksimal.

Rendemen pada laju alir kondensat 2 L/jam memiliki nilai tertinggi karena peningkatan laju alir uap yang masuk ke dalam kolom distilasi yang membuat semakin banyak panas yang diterima oleh sistem sehingga membuat daun jeruk purut lebih maksimal dalam melepaskan minyak atsiri yang terkandung di dalamnya. Sedangkan pada laju alir kondensat 3 L/jam mengalami penurunan dikarenakan semakin tingginya tekanan parsial uap air yang menyebabkan turunnya tekanan parsial minyak atsiri.

3.2 Pengaruh Laju Kondensat Terhadap Komposisi

Hasil minyak atsiri daun jeruk purut yang didapatkan kemudian dianalisis menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GCMS)*. Dari hasil analisis ketiga minyak atsiri daun jeruk purut dengan variasi laju alir kondensat tersebut didapatkan komposisi senyawa yang berbeda-beda satu sama lain. Pada umumnya, komponen penyusun minyak atsiri dalam suatu tanaman bervariasi dan dapat dipengaruhi oleh kondisi tanaman, tahapan pertumbuhan, habitat, iklim, maupun waktu pemanenan [9]. Perbedaan komposisi akibat laju alir kondensat dapat dilihat pada tabel 1.

Pada tabel 1 dengan laju alir kondensat 1 L/jam dapat dilihat bahwa *citronellal* mendominasi dengan nilai 55.16% kemudian *isopulegol* sebesar 19.21%. Ditemukan juga senyawa-senyawa mayor lain berupa *linalool*, *terpeniol*, dan *sitronelol*. Pada laju alir kondensat 1 L/jam energi panas dan juga kemampuan uap untuk membawa minyak jeruk purut tergolong tidak terlalu besar sehingga senyawa dengan titik di atas 230°C belum dapat diuapkan dengan baik dan berat molekul yang lebih tinggi belum dapat terekstrak dengan maksimal.

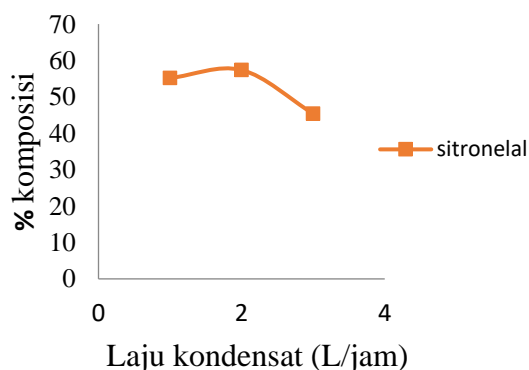
Pada laju alir kondensat 2 L/jam dapat dilihat bahwa komposisi minyak jeruk purut mengalami perubahan dimana hampir komponen-komponen makro seperti *citronellal*, *linalool*, *citronellol*, dan *terpeniol* mengalami peningkatan. Hal ini terjadi karena semakin tingginya kemampuan uap untuk menguapkan dan membawa minyak jeruk purut.

Tabel 1 Komposisi minyak jeruk purut hasil penyulingan

Nama Senyawa	Komposisi (%)			Rumus Molekul	Berat Molekul (gram/mol)	Tekanan Uap (mmHg)	Titik Didih (°C)
	1 L/ jam	2 L/ jam	3 L/ jam				
<i>Linalool</i>	6.15	6.4	4.18	C ₁₀ H ₁₈ O	154.25	0.22	198
<i>Citronellal</i>	55.16	57.38	45.38	C ₁₀ H ₁₈ O	154.25	0.25	201
<i>Isopulegol</i>	19.21	15.52	19.51	C ₁₀ H ₁₈ O	154.25	0.00496	212
<i>Terpeniol</i>	2.93	5.17	6.08	C ₁₀ H ₁₈ O	154.253	0.019	219
<i>Citronellol</i>	3.98	4.81	5.41	C ₁₀ H ₂₀ O	156.27	0.04	225
<i>Citronellyl acetate</i>	4.54	3.22	5.14	CH ₃ COOH	60.05	0.02	118
<i>Trans(beta)caryophyllene</i>	2.01	1.79	2.57	C ₁₅ H ₂₄	204.36	0.03	130
<i>Decanal</i>	-	-	2.89	C ₁₀ H ₂₀ O	156.2	0.235	207
<i>Myrcenol</i>	-	-	1.4	C ₁₀ H ₁₈ O	154.25	0.0914	224
<i>Nerylacetate</i>	-	-	1.13	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	196.29	0.0463	247
lain-lain	6.02	5.71	8.44	-	-	-	-

Pada tabel laju alir kondensat 3 L/jam. senyawa dengan berat molekul lebih besar serta titik didih lebih tinggi juga mulai nampak terlihat seperti *decanal*, *myrcenol* dan *nerylacetate*. Dengan laju alir uap 3 L/jam maka semakin tinggi pula energi panas yang digunakan untuk menguapkan minyak dan semakin besar pula kemampuan untuk membawa minyak jeruk purut yang memiliki berat molekul besar.

Dalam minyak jeruk purut, komponen yang terbesar dan menjadi indikator mutu yang pertama adalah kadar *citronellal* pada minyak. Di dalam penyulingan minyak daun jeruk purut dengan variasi laju alir kondensat didapati adanya perubahan komposisi khususnya pada kadar sitronelal yang dihasilkan. Penurunan kadar *citronellal* dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2 Pengaruh laju alir kondensat terhadap komposisi senyawa mayor

Gambar 2 menunjukan adanya perubahan presentase komposisi senyawa *citronellal* yang terkandung di dalam minyak jeruk purut. Dikarenakan adanya kesamaan struktural pada senyawa-senyawa atsiri sebagai senyawa terpenoid, senyawa-senyawa atsiri dapat dengan mudah terkonversi menjadi senyawa atsiri yang lain melalui proses oksidasi, isomerisasi, siklisasi, atau dehidrogenasi yang dapat terpicu secara kimia maupun enzimatis [9]. Hal ini akan menyebabkan senyawa yang terkandung di dalam minyak atsiri dapat termodifikasi melalui reaksi- reaksi tersebut karena adanya peningkatan suhu maupun paparan dari oksigen dan lain-lain. Yang mana perubahan senyawa tersebut juga berlaku pada senyawa *citronellal*.

Peningkatan presentase komponen *citronellal* terjadi pada peningkatan laju alir 1 L/jam ke 2 L/jam. Hal ini dapat dikatakan bahwa peningkatan rendemen juga diikuti oleh peningkatan presentase komponen *citronellal* yang merupakan komponen dengan jumlah terbesar dalam minyak daun jeruk purut. Penurunan senyawa *citronellal* yang cukup signifikan pada peningkatan laju kondensat dari 2 L/jam ke 3 L/jam dapat disebabkan oleh transformasi termal senyawa *citronellal*. Senyawa *citronellal* memiliki gugus rantai senyawa karbon, aldehyd, dan ikatan rangkap sehingga memungkinkan terjadinya transformasi melalui reaksi aromatisasi, reduksi, maupun siklisasi [10]. Sehingga diduga komposisi senyawa *citronellal* menurun akibat adanya perubahan senyawa melalui reaksi-reaksi tersebut.

Penentuan mutu minyak atsiri yang diperoleh dalam percobaan ini dilakukan melalui perbandingan komposisi berdasarkan minyak jeruk purut yang berlaku di pasaran. Berikut adalah perbandingan komposisi antara minyak jeruk purut yang diperoleh melalui percobaan dengan minyak jeruk purut yang diproduksi oleh industri lokal pada tahun 2011 yang dapat dilihat pada tabel 2.

Berdasarkan tabel 2 dapat diketahui bahwa komponen *citronellal* dan *citronellol* pada minyak jeruk purut hasil penelitian memiliki nilai yang lebih rendah dari minyak jeruk purut yang diproduksi oleh Industri lokal. Sementara secara garis besar, komponen *linalool*, *citronellyl acetate*, dan *Trans-(β) caryophyllene* pada hasil penelitian memiliki nilai yang lebih tinggi.

Dikarenakan kadar *citronellal* yang lebih rendah, dilakukan peninjauan mutu minyak atsiri berdasarkan harga per komponen. Apabila ditinjau dari segi ekonomi, maka minyak atsiri dengan mutu terbaik ditentukan berdasarkan nilai harga pasar dari komponen yang terkandung dalam minyak daun jeruk purut. Harga dari komponen yang terdapat dalam minyak daun jeruk purut dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 2 Perbandingan komposisi minyak jeruk purut

Nama Senyawa	% Komposisi			
	1 L/jam	2 L/jam	3 L/jam	industri
<i>Citronellal</i>	55,16	57,38	45,38	70,3
<i>Linalool</i>	6,15	6,4	4,18	4,6
<i>Citronellol</i>	3,98	4,81	5,41	6,3
<i>Citronellyl acetate</i>	4,54	3,22	5,14	1,9
<i>Trans-(β) caryophyllene</i>	2,01	1,79	2,57	1,9

Tabel 3 Rincian harga senyawa mayor dalam minyak jeruk purut [4]

Nama Senyawa	Jumlah	Harga (\$)
<i>Citronellal</i>	100 ml	51,00
<i>Citronellol</i>	100 ml	120,00
<i>Linalool</i>	100 ml	188,00
<i>Citronellyl acetate</i>	100 g	184,00
<i>Trans-(β) caryophyllene</i>	100 ml	1.696,00

Berdasarkan harga pasar yang berlaku, maka dapat diketahui bahwa senyawa *Trans-(β) caryophyllene* memiliki nilai ekonomi yang paling tinggi. Sementara *Citronellal* yang merupakan senyawa dengan komposisi terbesar dalam minyak atsiri daun jeruk purut justru memiliki nilai ekonomi terendah dibandingkan senyawa makro lainnya. Sehingga apabila dilakukan fraksinasi untuk mendapatkan komponen tunggal maka minyak atsiri daun jeruk purut yang diperoleh pada penelitian ini justru memiliki nilai ekonomi yang lebih tinggi dibandingkan minyak atsiri produksi industri lokal.

4. KESIMPULAN (CONCLUSION)

Pada kondisi penelitian ini didapatkan:

- Penyulingan optimal dilakukan dengan laju alir kondensat 2 L/jam dengan hasil rendemen sebesar 0.40%
- Pada kondisi penyulingan optimum didapatkan kadar senyawa Sitronelal 57.38%; Linalool 6.4%; Isopulegol 15.52%; sitronelol 4.81%; sitronelil asetat 3.22%; Terpeniol 5.17%; dan trans(beta)caryophyllene 1.79%.

DAFTAR PUSTAKA (REFERENCE)

- [1] Indriyanti, Citra P. 2013. Identifikasi Komponen Minyak Atsiri Pada Beberapa Tanaman Dari Indonesia Yang Memiliki Bau Tidak Sedap. Bandung. UPI.
- [2] Wongpornchai, S. 2012. *Handbook of herbs and spices*. Thailand: Woodhead Publishing.
- [3] Silva, C. F. 2011. *Extraction of Citronella (Cymbopogon Nardus) Essential Oil Using Supercritical CO₂ : Experimental Data and Mathematical Modeling*. Brazilian Journal of Chemical Engineering, Vol. 28: No.02
- [4] Lienhard, John H. 2005. *A Heat Transfer Textbook*. Massachusetts:Philogiston Press . Santa Cruz Biotechnology. 2018. *Chemical Product Information*. <https://www.scbt.com/product> (diakses pada 08 September 2018).
- [5] Gilbert, John. C dan Stephen F. Martin. 2011. *Experimental Organic Chemistry*. Boston: Cengage Learning.
- [6] Baser, K. Husnu Can & Buchbauer, Gerhard. 2010. *Handbook of Essential Oil Science, Technology, & Applications*. Boca Raton: CRC Press.
- [7] Kabuga, John Tshilenge. 2009. *Steam Extraction of Essential oil: Invetigation of Process Parameters*. Johannesburg. University of Johannesburg.
- [8] Fitriady, Muhammad Arifuddin; Sulaswatty, Anny; Agustian, Egi; S. 2016. *Steam distillation extraction of ginger essential oil: Study of the effect of steam flowrate and time process* . Tangerang. American Institute of Physics.
- [9] Turek, Claudia & Florian C. Stintzing. 2013. *Stability of Essential oil*. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety. Vol. 12: 2013.
- [10] Anshori, J.A. 2009. Siklisasi Intramolekuler Citronellal Dikatalisis Zeolit dan Bahan Mesoporus. Karya Tulis Ilmiah. Bandung: Universitas Padjajaran.