

OPTIMASI TEKANAN DAN RASIO REFLUKS PADA DISTILASI FRAKSINASI VAKUM TERHADAP MUTU EUGENOL DARI MINYAK DAUN CENGKEH (*Eugenia caryophyllata*)

Mariam Malahayati¹, Rahmawati²
Jurusan Teknologi Pangan, Universitas Sahid, Jakarta
rahmafarasara@usahid.ac.id²

ABSTRAK. Eugenol merupakan komponen utama minyak daun cengkeh dan memiliki nilai ekonomis tinggi. Hal ini dipengaruhi oleh tingkat kemurniannya. Untuk mendapatkan eugenol dengan tingkat kemurnian tinggi dan memenuhi standar United States Pharmacopeia / USP (2010) yaitu minimal 99,5%, maka pada penelitian ini dipelajari tekanan dan rasio refluks pada distilasi fraksinasi vakum minyak daun cengkeh. Metode yang digunakan adalah eksperimen dengan variabel tekanan (4, 6, 10 mmHg) dan rasio refluks (10/5, 20/4, 40/4). Hasil menunjukkan bahwa tekanan mempengaruhi kemurnian, rendemen, bobot jenis, indeks bias, dan putaran optik eugenol secara nyata ($\alpha = 0,01$). Tekanan distilasi fraksinasi vakum terbaik adalah 10 mmHg dengan rasio refluks 20/4 dan menghasilkan eugenol beraroma khas cengkeh dan tidak berwarna dengan kemurnian 99,65% (sesuai standar USP), rendemen 64,61%, bobot jenis 1,0656, indeks bias 1,5407, putaran optik -0,10, kelarutan eugenol dalam etanol 70% sebesar 1:1.

Kata kunci: eugenol, tekanan, rasio refluks, distilasi fraksinasi

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara penghasil cengkeh, terutama di daerah - daerah sentra produksi cengkeh seperti pulau Jawa. Di pulau Jawa luas areal penanaman cengkeh mencapai \pm 50.000 ha, di mana diperkirakan terdapat daun cengkeh yang gugur dengan potensi sekitar \pm 305 ton per hari. Daun cengkeh dikenal menghasilkan berbagai jenis minyak. Dari daun yang gugur ini dapat diperoleh sekitar 4,4 ton minyak daun cengkeh per hari (Balitro, 2008). Minyak daun cengkeh tersusun dari 23 komponen yang berbeda dengan komponen utama yaitu eugenol (70-90%) dan β -kariofilen (5-12%) (Ketaren, 1985).

Eugenol adalah komponen utama minyak daun cengkeh berupa cairan tidak berwarna, beraroma khas, dan mempunyai rasa pedas yang banyak dimanfaatkan dalam industri *fragrance* dan *flavor* karena memiliki aroma yang khas dan industri farmasi karena bersifat antiseptic, sedangkan β -kariofilen adalah pengotor yang harus dihilangkan karena menurunkan tingkat kemurnian minyak cengkeh (Ketaren, 1985).

Menurut standar *United States Pharmacopeia/USP* (2010), untuk dapat diperdagangkan secara internasional, eugenol harus memiliki tingkat kemurnian minimal 99,5%. Selain itu, dengan meningkatnya kemurnian eugenol maka harga jualnya juga meningkat. Minyak daun cengkeh dengan kadar eugenol kurang dari 70% diperdagangkan dengan harga US\$ 4-5/kg di dalam negeri, sedangkan yang berkadar 98-99% diperdagangkan dengan harga US\$ 30-40/kg (\pm 8 kali lebih tinggi) (Kurnia *et al.*, 2010). Melihat potensi eugenol dan didukung oleh nilai ekonomi yang lebih tinggi dibandingkan bahan bakunya (minyak daun cengkeh), maka perlu dilakukan pemisahan atau isolasi eugenol dari minyak daun cengkeh.

Salah satu cara pemisahan komponen minyak atsiri adalah distilasi fraksinasi vakum. Distilasi fraksinasi minyak atsiri adalah pemisahan minyak

atsiri menjadi beberapa fraksi berdasarkan perbedaan titik didihnya. Minyak atsiri tidak difraksinasi pada tekanan atmosfer tetapi dalam keadaan vakum, karena pada tekanan dan suhu yang tinggi dapat menyebabkan dekomposisi dan resinifikasi, sehingga distilat mempunyai bau dan sifat fisiko kimia yang berbeda dengan minyak murni. Penggunaan tekanan tidak lebih dari 10 mmHg pada distilasi fraksinasi vakum, akan menghindari minyak dari kerusakan akibat suhu yang tinggi (Guenther, 1990). Distilasi fraksinasi vakum dilengkapi dengan unit refluks, yang digunakan untuk meningkatkan kemurnian fraksi yang diperoleh. Perbandingan antara jumlah kondensat yang dikembalikan ke kolom (jumlah refluks) persatuan waktu terhadap jumlah distilat yang diambil persatuan waktu disebut rasio refluks (Handojo, 1995). Menurut Furniss *et al.* (1984), faktor-faktor penting yang mempengaruhi pemisahan campuran menjadi fraksi murni salah satunya adalah rasio refluks. Rasio refluks yang baik menurut hasil penelitian Haznan (2002) adalah 10/5, 20/4, dan 40/4. Kondisi ini menghasilkan kemurnian yang tinggi dan rendemen yang besar pada pemurnian minyak pala, minyak sereh, dan minyak nilam serta minyak cengkeh (eugenol hitam).

Berdasarkan hal tersebut, penelitian ini dilakukan untuk melihat seberapa besar pengaruh tekanan dan rasio refluks pada distilasi fraksinasi vakum minyak daun cengkeh sehingga diperoleh eugenol dari minyak daun cengkeh yang memenuhi standar kemurnian eugenol *USP* (2010) yaitu minimal 99,5%. Tekanan yang digunakan adalah 4, 6, dan 10 mmHg dengan rasio refluks 10/5, 20/4, dan 40/4 pada distilasi fraksinasi vakum terhadap mutu eugenol dari minyak daun cengkeh. Mutu eugenol ditentukan melalui uji kimia yaitu kemurnian eugenol; uji fisik yaitu rendemen, bobot jenis, indeks bias, putaran optik, dan kelarutan eugenol dalam etanol 70%; dan uji organoleptik yaitu warna dan aroma eugenol.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan adalah minyak daun cengkeh dan bahan-bahan kimia untuk analisis. Alat-alat yang digunakan adalah distilasi fraksinasi vakum, timbangan analitik, penangas air, alat - alat gelas, piknometer, refraktometer, polarimeter, dan gas kromatografi (GC).

Metode Penelitian

Penelitian dilakukan dalam dua tahap. Tahap I bertujuan mengetahui karakteristik minyak daun cengkeh sebelum dimurnikan. Tahap II mempelajari pengaruh tekanan dan rasio refluks pada distilasi fraksinasi vakum terhadap mutu eugenol dari minyak daun cengkeh yang dihasilkan. Rancangan penelitian yang digunakan adalah rancangan lengkap faktorial 3x3 dengan tiga kali ulangan. Alur proses disajikan pada Gambar 1.

Metoda Analisa

Proses distilasi fraksinasi vakum eugenol minyak daun cengkeh terdiri dari:

(1) Persiapan pompa vakum

Persiapan dilakukan dengan mengisi tabung trap dengan campuran es dan garam untuk mencegah tersedotnya fase gas ke dalam pompa vakum, kemudian menghubungkan alat distilasi dengan listrik 1000-1500 Watt sehingga unit distilasi dapat dinyalakan pada panel kontrol.

(2) Pengisian labu umpan

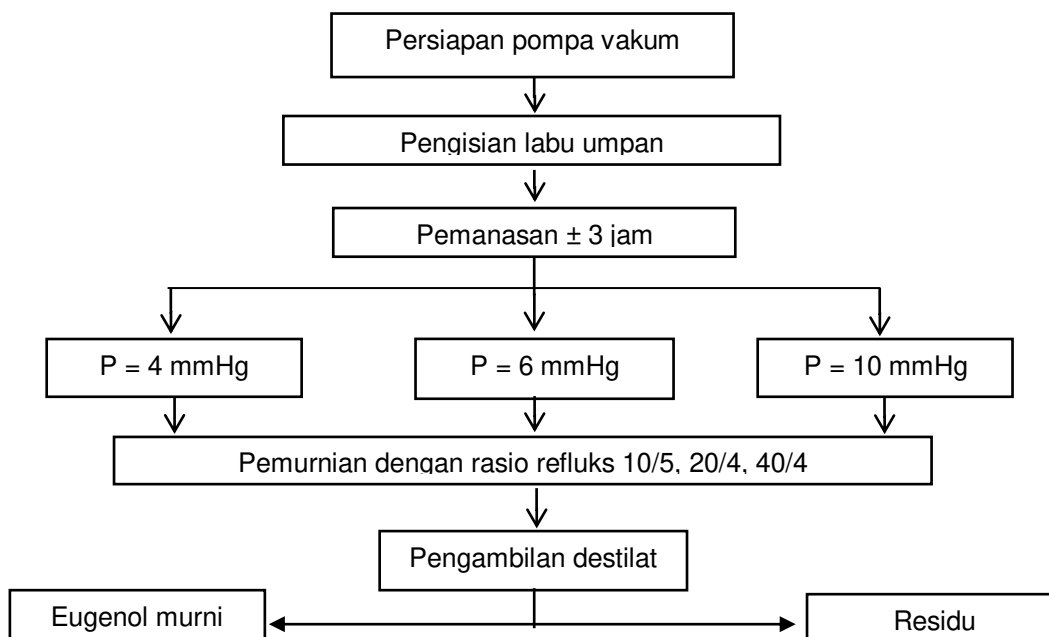
Sebanyak 2,5 L minyak cengkeh dimasukkan ke dalam labu umpan dengan kapasitas labu sebesar 5 L. Labu umpan ini dilengkapi dengan motor dan batang pengaduk agar minyak tetap homogen (kecepatan 1000 rpm); jaket pemanas sebagai sumber panas serta menjaga kestabilan suhu; dan termokopel umpan untuk mengontrol suhu distilasi.

(3) Pemanasan

Minyak cengkeh dipanaskan selama ± 3 jam pada tekanan vakum (4, 6, dan 10 mmHg).

(4) Pendinginan

Kondensor merubah uap minyak yang keluar dari kolom distilasi menjadi cairan. Air yang digunakan di kondensor sebagai fluida pendingin berasal dari bak penampungan air dengan suhu 15-16 °C.



Gambar 1. Alur proses distilasi fraksinasi vakum eugenol dari minyak daun cengkeh
(5) **Pemurnian**

Pemurnian dilakukan dalam unit refluks. Rasio refluks yang digunakan 10/5, 20/4, dan 40/4. Rasio refluks menunjukkan perbandingan waktu pengembalian kondensat ke dalam kolom fraksinasi dan kondensat yang ditampung sebagai distilat. Rasio refluks 10/5 berarti selama 10 detik pertama katup magnetis pengatur pengeluaran kondensat tertutup dan kondensat dikembalikan ke kolom fraksinasi, pada saat tersebut proses pemisahan komponen berlangsung kembali, kemudian 5 detik berikutnya katup tersebut terbuka, sehingga

kondensat keluar dan masuk ke dalam wadah penampung sebagai distilat. Distilat yang keluar merupakan fraksi-fraksi (eugenol murni dan residu) yang telah tertampung di dalam penampung fraksi dikeluarkan untuk diukur volume dan dianalisa sifat-sifat fisika dan kimianya.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian Tahap 1

Karakteristik minyak daun cengkeh sebelum dimurnikan disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Karakteristik minyak daun cengkeh

No.	Jenis Uji	Satuan	Nilai	SNI 06-2387-2006
1	Keadaan a. Warna b. Aroma/Bau	- -	Coklat gelap Khas	Kuning – coklat tua Khas minyak
2	Berat jenis 20 °C/20 °C	-	1	1.025 – 1.049
3	Indeks Bias (ⁿ D ₂₀)	-	1	1.528 – 1.535
4	Putaran optic	-	Tidak terbaca	(-1.3 ⁰) – (0.0 ⁰)
5	Kelarutan dalam etanol	-	1:2 jernih	1:2 jernih
6	Total eugenol (GC)	%	7	Minimum 78
7.	β-kariofilen	%	2 1	Maksimum 17

Dari Tabel 1 terlihat bahwa minyak daun cengkeh yang digunakan belum memenuhi SNI minyak daun cengkeh, yaitu untuk kadar eugenol, kadar β-kariofilen dan putaran optik. Hal ini karena adanya ion logam yang berasal dari alat penyulingan yang terbuat dari drum besi dan bahan baku yang kotor (Brahmana, 1991; EOA, 1975; Rusli, 1991), yang dapat bereaksi dengan senyawa dalam minyak, terutama eugenol. Logam-logam yang terdapat dalam minyak daun cengkeh antara lain Fe, Mg, Mn, Zn, dan Pb (Marwati *et al.*, 2005). Logam-logam tersebut berasal dari daun dan alat penyuling. Akumulasi logam dalam daun terjadi karena penyerapan logam dari tanah melalui akar dan penyerapan logam dari udara melalui stomata daun (Pahlesson, 1989).

Penelitian Tahap 2

1. Kemurnian eugenol

Kemurnian eugenol hasil distilasi fraksinasi vakum pada tekanan dan rasio refluks berbeda disajikan pada Tabel 2. Hasil penelitian menunjukkan kemurnian eugenol berkisar antara 89,30% sampai 99,65%. Kemurnian eugenol cenderung meningkat dengan semakin tinggi tekanan dan rasio refluks sampai 20/4. Pada rasio refluks 40/4 kemurnian eugenol menurun.

Hasil Anova menunjukkan bahwa tekanan dan rasio reflux memengaruhi kemurnian eugenol secara nyata ($\alpha=0,01$), namun tidak ada interaksi antara keduanya. Hasil uji lanjut Duncan menunjukkan bahwa rasio refluks 10/5, 20/4 dan 40/4 memengaruhi kemurnian eugenol secara berbeda, sedangkan tekanan 4 dan 6 mmHg menghasilkan kemurnian eugenol yang sama, namun berbeda dengan tekanan 10 mmHg Hal ini

karena eugenol yang bertitik didih tinggi belum tersuling secara sempurna pada tekanan 4 dan 6 mmHg. Titik didih eugenol pada tekanan 4 dan 6 mmHg berturut-turut adalah 106,70°C dan 114,15°C. Hal ini sejalan dengan hasil penelitian Guenther (1990), bahwa suatu

fraksi yang mengandung seskuiterpen (C_{15}) yang mendidih pada suhu 250°C pada tekanan atmosfer, sebaiknya disuling dengan tekanan 10 mmHg pada suhu sekitar 120°C agar komponen minyak yang bertitik didih tinggi tersuling secara sempurna dalam keadaan vakum.

Tabel 2. Nilai rata-rata kemurnian eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda

Rasio Refluks	Tekanan (mmHg)			Rata-rata
	4	6	10	
10/5	95,55	95,66	96,85	96,02 ^b
20/4	98,45	98,51	99,65	98,87 ^a
40/4	89,30	89,60	90,56	89,82 ^c
Rata-rata	94,43 ^b	94,59 ^b	95,69 ^a	

Keterangan: kode huruf sama berarti tidak berbeda nyata antara perlakuan dan kode huruf berbeda berarti berbeda nyata antara perlakuan ($\alpha=0,01$)

Tabel 2 menunjukkan bahwa kemurnian eugenol tertinggi diperoleh pada rasio refluks 20/4 dan terendah rasio refluks 40/4. Hal ini karena saat distilat dikembalikan ke kolom terjadi kontak antara uap dengan cairan secara berulang-ulang dengan dengan waktu yang lebih lama dibandingkan dengan perlakuan lain (40 detik). Kondisi ini menyebabkan beberapa komponen terdegradasi menjadi komponen lain sehingga kemurnian eugenol lebih rendah dibandingkan rasio refluks lainnya (Agustian *et al.*, 2007). Hal ini sejalan dengan Cook dan Cullen (1987), yaitu semakin tinggi nilai rasio refluks, maka semakin besar efisiensi proses pemisahan, tetapi peningkatan rasio refluks di atas nilai tertentu tidak akan menaikkan tingkat pemisahan atau efisiensi kolom, sehingga rasio refluks seharusnya divariasikan sesuai dengan tingkat kesulitan pemisahan fraksinasi. Kemurnian eugenol yang memenuhi standar USP (2010) dihasilkan pada tekanan 10 mmHg dan rasio refluks 20/4, yaitu 99,65%.

2. Rendemen

Rendemen eugenol adalah perbandingan bobot eugenol yang

diperoleh dari tiap satuan bobot minyak daun cengkeh yang digunakan. Hasil rata-rata rendemen eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3 menunjukkan rendemen eugenol berkisar antara 51,34% - 69,56%. Rendemen eugenol cenderung meningkat dengan semakin rendahnya tekanan dan cenderung menurun dengan semakin tingginya rasio refluks. Hasil Anava menunjukkan bahwa tekanan dan rasio refluks berbeda memengaruhi rasio eugenol secara nyata ($\alpha=0,01$). Ada interaksi diantara keduanya dalam memengaruhi rendemen eugenol.

Nilai rata-rata rendemen eugenol tertinggi diperoleh dari perlakuan rasio refluks terendah (10/5) dan sebaliknya rata-rata rendemen eugenol terendah diperoleh dari perlakuan rasio refluks tertinggi (40/4). Hal ini karena semakin tinggi rasio refluks, maka jumlah distilat yang ditampung dalam wadah penampung semakin rendah dalam satuan waktu, sehingga perlakuan rasio refluks yang lebih besar relatif menghasilkan fraksi dengan rendemen yang lebih kecil (Furniss *et al.*, 1984). Rendemen eugenol tertinggi dihasilkan pada tekanan 4 mmHg dan rasio refluks 10/5.

Tabel 3. Nilai rata-rata rendemen eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda

Rasio Refluks	Tekanan (mmHg)			Rata-Rata
	4	6	10	
10/5	69,56 ^a	69,35 ^b	68,24 ^c	69,05 ^a
20/4	65,67 ^d	65,57 ^d	64,61 ^e	65,28 ^b
40/4	52,77 ^f	52,40 ^g	51,34 ^h	52,17 ^c
Rata-Rata	62,67 ^a	62,44 ^b	61,40 ^c	

Keterangan: kode huruf sama berarti tidak berbeda nyata antara perlakuan dan kode huruf berbeda berarti berbeda nyata antara perlakuan ($\alpha=0,01$)

3. Bobot jenis

Nilai rata-rata bobot jenis eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda disajikan pada Tabel 4, di mana bobot jenis eugenol berkisar antara 1,0502-

1,0675. Bobot jenis eugenol cenderung meningkat dengan semakin tinggi tekanan dan rasio refluks sampai 20/4 yang selanjutnya menurun.

Tabel 4. Nilai rata-rata bobot jenis eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda

Rasio Refluks	Tekanan (mmHg)			Rata-Rata
	4	6	10	
10/5	1,0604	1,0610	1,0633	1,0616 ^b
20/4	1,0644	1,0649	1,0675	1,0656 ^a
40/4	1,0502	1,0510	1,0535	1,0516 ^c
Rata-Rata	1,0583 ^c	1,0590 ^b	1,0614 ^a	

Keterangan: kode huruf sama berarti tidak berbeda nyata antara perlakuan dan kode huruf berbeda berarti berbeda nyata antara perlakuan ($\alpha=0,01$)

Hasil Anova menunjukkan bahwa tekanan dan rasio refluks berbeda memengaruhi bobot jenis eugenol secara nyata ($\alpha = 0,01$), namun tidak ada interaksi dari keduanya dalam memengaruhi bobot jenis eugenol. Meningkatnya bobot jenis eugenol dipengaruhi oleh kemurnian eugenol yang juga meningkat dengan semakin tinggi tekanan. Demikian juga rasio refluks sampai 20/4 menghasilkan bobot jenis eugenol yang semakin meningkat. Hal ini sejalan dengan nilai kemurnian eugenol. Bobot jenis eugenol berhubungan dengan berat komponen yang terkandung didalamnya. Semakin besar fraksi berat yang terkandung dalam minyak, semakin besar pula nilai bobot jenis atau densitasnya. Biasanya, bobot jenis komponen hidrokarbon teroksigenasi lebih besar dibandingkan dengan hidrokarbon tak teroksigenasi, sehingga semakin tinggi kemurnian eugenol akan menyebabkan bobot jenis minyak semakin tinggi, karena eugenol merupakan fraksi

berat dalam minyak daun cengkeh (Armando, 2009). Bobot jenis yang memenuhi standar *USP* (2010) diperoleh pada tekanan 10 mmHg dan rasio refluks 20/4, yaitu 1,0656.

4. Index bias

Nilai rata-rata indeks bias eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda disajikan pada Tabel 5. Hasil penelitian menunjukkan indeks bias eugenol berkisar antara 1,5332 - 1,5390, di mana indeks bias eugenol cenderung meningkat dengan semakin tinggi tekanan dan rasio refluks sampai 20/4. Hasil Anova menunjukkan bahwa tekanan dan rasio refluks memengaruhi index bias minyak eugenol, dan ada interaksi diantaranya dalam memengaruhi index bias secara nyata ($\alpha=0,01$). Indeks bias eugenol tertinggi diperoleh dari tekanan tertinggi (10 mmHg) dan terendah dari tekanan terendah (4 mmHg). Semakin tinggi

tekanan menghasilkan kemurnian eugenol semakin meningkat.

Tabel 5. Nilai rata-rata indeks bias eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda

Rasio Refluks	Tekanan (mmHg)			Rata-Rata
	4	6	10	
10/5	1,5381 ^c	1,5384 ^{bc}	1,5390 ^b	1,5385 ^b
20/4	1,5399 ^a	1,5401 ^a	1,5407 ^a	1,5403 ^a
40/4	1,5332 ^e	1,5339 ^{de}	1,5346 ^d	1,5339 ^c
Rata-Rata	1,5371 ^c	1,5375 ^b	1,5381 ^a	

Keterangan: kode huruf sama berarti tidak berbeda nyata antara perlakuan dan kode huruf berbeda berarti berbeda nyata antara perlakuan ($\alpha=0,01$)

Semakin tinggi rasio refluks sampai 20/4 menghasilkan indeks bias eugenol yang semakin meningkat. Menurunnya index bias pada rasio refluks 40/4 dipengaruhi oleh kemurnian eugenol yang menurun pada kondisi ini.

Indeks bias merupakan perbandingan antara kecepatan cahaya di dalam udara dengan kecepatan cahaya di dalam zat tersebut pada suhu tertentu. Sama halnya dengan bobot jenis di mana komponen penyusun minyak atsiri dapat memengaruhi nilai indeks biasnya. Semakin banyak komponen hidrokarbon teroksigenasi ikut tersuling maka kerapatan medium minyak akan bertambah sehingga cahaya yang datang akan lebih sukar dibiaskan. Hal ini menyebabkan indeks bias minyak lebih besar. Sehingga kemurnian eugenol yang meningkat menyebabkan indeks bias minyak semakin tinggi (Armando, 2009). Indeks bias eugenol yang memenuhi standar USP (2010) (1,5400-1,5420)

dihasilkan pada tekanan 10 mmHg dan rasio refluks 20/4 (1,5407).

5. Putaran optik

Nilai rata-rata putaran optik eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda dapat dilihat pada Tabel 6. Hasil menunjukkan putaran optik eugenol berkisar antara (-1,23°) - (-0,10°), di mana putaran optik cenderung meningkat dengan semakin tingginya tekanan dan rasio refluks sampai 20/5. Hasil analisis ragam menunjukkan tekanan dan rasio refluks mempengaruhi putaran optik eugenol berbeda secara nyata ($\alpha = 0,01$) dan ada interaksi antara keduanya dalam mempengaruhi putaran optik eugenol. Semakin tinggi tekanan menghasilkan putaran optik eugenol yang semakin meningkat, hal ini dipengaruhi oleh nilai kemurnian eugenol yang juga meningkat dengan semakin tinggi tekanan.

Tabel 6. Nilai rata-rata putaran optik eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda

Rasio Refluks	Tekanan (mmHg)			Rata-Rata
	4	6	10	
10/5	-0,57 ^{o d}	-0,47 ^{o cd}	-0,40 ^{o c}	-0,48 ^{o b}
20/4	-0,27 ^{o b}	-0,23 ^{o b}	-0,10 ^{o a}	-0,20 ^{o a}
40/4	-1,23 ^{o g}	-1,00 ^{o f}	-0,83 ^{o e}	-1,02 ^{o c}
Rata-Rata	-0,69 ^{o c}	-0,57 ^{o b}	-0,44 ^{o a}	

Keterangan: kode huruf sama berarti tidak berbeda nyata antara perlakuan dan kode huruf berbeda berarti berbeda nyata antara perlakuan ($\alpha=0,01$)

Putaran optik eugenol meningkat sampai rasio refluks 20/4, namun menurun pada rasio refluks 40/4. Hal ini dipengaruhi

oleh kemurnian eugenol yang meningkat sampai rasio refluks 20/4 dan menurun pada rasio refluks 40/4. Jika suatu cahaya

terpolarisasi dilewatkan pada senyawa optik aktif maka bidang cahaya terpolarisasi tersebut akan berputar. Besar arah berputarnya bidang cahaya terpolarisasi dinyatakan dengan nilai putaran optik. Sebagian besar minyak atsiri memiliki sifat memutar bidang polarisasi ke arah kanan (*dextrorotary*) atau ke arah kiri (*laevorotary*) jika ditempatkan dalam cahaya yang dipolarisasikan. Menurut Ketaren (1985), seskuiiterpenal berupa senyawa naftalen ($C_{10}H_8$) dalam minyak daun cengkeh merupakan persenyawaan optik aktif. Senyawa ini merupakan turunan dari seskuiiterpen (kariofilen) dan mempunyai kemampuan memutar bidang polarisasi cahaya ke arah kiri (*laevorotatory*). Hal ini menyebabkan semakin rendah kemurnian

eugenol (kandungan kariofilen masih ada dalam jumlah tertentu) maka nilai putaran optik eugenol cenderung semakin negatif. Perlakuan yang menghasilkan putaran optik sesuai standar USP (2010) ((-0,5°) – (+0,5°)), adalah tekanan 10 mmHg dan rasio refluks 20/4 (-0,10°).

6. Kelarutan eugenol dalam etanol 70%

Hasil rata-rata kelarutan eugenol dalam etanol 70% disajikan pada Tabel 7. Tabel 7 menunjukkan bahwa semua rata – rata kelarutan eugenol dalam etanol 70% adalah 1:1, artinya 1 volume (ml) eugenol larut dalam 1 volume (ml) etanol 70% dan membentuk larutan yang jernih.

Tabel 7. Nilai rata-rata kelarutan eugenol dalam alkohol 70% dengan tekanan dan rasio refluks berbeda (ml eugenol : ml etanol)

Rasio Refluks	Tekanan (mmHg)			Rata-Rata
	4	6	10	
10/5	1:1	1:1	1:1	1:1
20/4	1:1	1:1	1:1	1:1
40/4	1:1	1:1	1:1	1:1
Rata-Rata	1:1	1:1	1:1	1:1

Standar kelarutan eugenol menurut USP (2010) dalam etanol 70% maksimal 1:2. Berdasarkan hal tersebut, maka seluruh perlakuan memenuhi standar kelarutan eugenol USP (2010). Minyak atsiri dapat larut dalam etanol pada perbandingan dan konsentrasi tertentu. Dengan demikian, dapat diketahui jumlah dan konsentrasi etanol yang dibutuhkan untuk melarutkan sejumlah minyak atsiri secara sempurna. Umumnya minyak atsiri yang mengandung senyawa hidrokarbon teroksigenasi lebih mudah larut daripada minyak atsiri yang mengandung hidrokarbon (terpen). Semakin tinggi kandungan terpen, semakin rendah daya larutnya atau semakin sukar larut. Hal tersebut disebabkan senyawa terpen merupakan senyawa nonpolar yang tidak mempunyai gugus fungsional. Hal ini menyebabkan kemurnian eugenol

semakin rendah karena masih mengandung kariofilen dalam jumlah tertentu. Hal ini menghasilkan perbandingan kelarutan eugenol dalam etanol 70% semakin tinggi. Daya larut eugenol yang rendah dalam etanol 70%, menunjukkan bahwa minyak tersebut masih mengandung seskuiiterpen dalam jumlah tertentu. Pencampuran minyak atsiri dengan bahan – bahan lain dapat memengaruhi kelarutan.

7. Warna

Menurut Sastrohamidjojo (2004), eugenol berwujud cairan jernih tidak berwarna yang akan berubah secara lambat menjadi kekuningan bila terkena udara. Hasil rata-rata warna eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda disajikan pada Tabel 8. Hasil uji anava menunjukkan bahwa tekanan dan rasio

refluks berbeda, tidak memengaruhi warna eugenol secara nyata ($\alpha= 0,01$).

Dengan distilasi fraksinasi vakum, eugenol yang dihasilkan tidak berwarna dan jauh lebih baik dibandingkan warna bahan baku (minyak daun cengkeh) yang

berwarna coklat gelap. Logam – logam dan kotoran yang terdapat di dalam bahan baku tertinggal di ketel sebagai residu (tidak ikut menguap) sehingga eugenol yang dihasilkan tidak berwarna.

Tabel 8. Nilai rata-rata warna eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda.

Rasio Refluks	Tekanan (mmHg)			Rata-Rata
	4	6	10	
10/5	1,00	1,00	1,00	1,00
20/4	1,00	1,00	1,00	1,00
40/4	1,02	1,02	1,00	1,01
Rata-Rata	1,01	1,01	1,00	

Keterangan: skor 1=amat sangat kuning; 2=sangat kuning; 3=kuning; 4=agak kuning; 5 = tidak berwarna

8. Aroma

Menurut Sastrohamidjojo (2004), eugenol memiliki aroma / bau yang kuat seperti cengkeh dan bila dicicipi

mempunyai rasa yang pedas. Nilai rata-rata aroma eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda dapat dilihat pada Tabel 9.

Tabel 9. Nilai rata-rata aroma eugenol dengan tekanan dan rasio refluks berbeda

Rasio Refluks	Tekanan (mmHg)			Rata-Rata
	4	6	10	
10/5	3,50	3,47	3,48	3,48 ^b
20/4	3,77	3,72	3,85	3,78 ^a
40/4	2,48	2,67	2,70	2,62 ^c
Rata-Rata	3,25	3,28	3,34	

Keterangan: skor 1 = amat sangat khas cengkeh; 2 = sangat khas cengkeh; 3 = khas cengkeh; 4 = agak khas cengkeh; 5 = tidak beraroma

Keterangan: kode huruf sama berarti tidak berbeda nyata antara perlakuan dan kode huruf berbeda berarti berbeda nyata antara perlakuan ($\alpha = 0,01$)

Aroma eugenol berkisar antara 2,48 sampai 3,85 (sangat khas cengkeh-khas cengkeh). Aroma eugenol relatif sama dengan semakin tinggi tekanan dan cenderung menguat dengan semakin tinggi rasio refluks. Hasil uji anova menunjukkan bahwa tekanan tidak mempengaruhi aroma eugenol secara sangat nyata ($\alpha=0,01$), namun rasio refluks memengaruhi aroma eugenol secara sangat nyata ($\alpha=0,01$). Aroma eugenol terkuat diperoleh pada rasio refluks 40/4 (sangat khas cengkeh) dan terlemah pada rasio refluks 10/5 (khas cengkeh).

Sebagian besar minyak atsiri terdiri dari campuran hidrokarbon (monoterpen, sesquiterpen, diterpen, dan politerpen), hidrokarbon teroksigenasi (alkohol, aldehida, keton, oksida, ester, dan eter), dan sejumlah kecil residu kental atau padat yang tidak dapat menguap (resin dan lilin). Dari kesemuanya, persenyawaan hidrokarbon teroksigenasi merupakan penyebab utama bau wangi dalam minyak atsiri, sedangkan hidrokarbon (terpen dan sesquiterpen) berpengaruh kecil terhadap aroma minyak. Persenyawaan hidrokarbon teroksigenasi mempertinggi kelarutan

dalam alkohol encer (kecuali beberapa senyawa golongan aldehida), dan lebih tahan serta stabil terhadap proses oksidasi dan resinifikasi. Persenyawaan terpen dan sesquiterpen yang tidak jenuh mengalami proses oksidasi dan resinifikasi di bawah pengaruh cahaya dan udara, atau pada kondisi penyimpanan yang kurang baik, sehingga merusak aroma serta menurunkan kelarutan minyak dalam etanol (Guenther, 1990).

Hal ini menyebabkan kemurnian eugenol semakin rendah (kandungan kariofilen / terpen masih ada dalam jumlah tertentu) maka aroma eugenol cenderung semakin tidak beraroma khas cengkeh.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Hasil penelitian menunjukkan bahwa:

1. Secara keseluruhan tekanan memengaruhi kemurnian, rendemen, bobot jenis, indeks bias, dan putaran optik eugenol secara nyata ($\alpha=0,01$), namun tidak memengaruhi warna dan aroma eugenol secara nyata ($\alpha=0,01$). Tekanan distilasi fraksinasi vakum terbaik adalah 10 mmHg.
2. Secara keseluruhan rasio refluks memengaruhi kemurnian, rendemen, bobot jenis, indeks bias, putaran optik, dan aroma eugenol secara nyata ($\alpha=0,01$), namun tidak memengaruhi warna eugenol secara nyata ($\alpha=0,01$). Rasio refluks terbaik adalah 20/4.
3. Ada interaksi antara tekanan dan rasio refluks dalam memengaruhi rendemen, indeks bias, dan putaran optik secara nyata ($\alpha=0,01$), tetapi tidak ada interaksi yang memengaruhi kemurnian, bobot jenis, aroma dan warna eugenol secara nyata ($\alpha=0,01$). Interaksi yang menghasilkan eugenol sesuai standar USP (2010), yaitu beraroma khas cengkeh dan tidak berwarna dengan rata-rata kemurnian 99,65%, rendemen 64,61%, bobot jenis 1,0656, indeks bias 1,5407, putaran optik $-0,1^{\circ}$, serta kelarutan eugenol dalam etanol 70% sebesar 1:1 adalah perlakuan tekanan 10 mmHg

dan rasio refluks 20/4 dan merupakan perlakuan terbaik.

Saran

Disarankan untuk (1) melakukan proses isolasi/pemisahan eugenol dari minyak daun cengkeh dengan metode lain seperti metode penyulingan uap, penyulingan dengan CO₂ superkritik, dan *molecular distillation* untuk meningkatkan kemurniannya; (2) mempelajari pembuatan vanilin sintetik dari eugenol minyak daun cengkeh karena memiliki nilai ekonomis tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Armando, R. 2009. *Memproduksi 15 Minyak Asiri Berkualitas*. Penebar Swadaya, Jakarta.
- Balitro. 2008. *Produksi Cengkeh 2008 dan Prakiraan Produksi Cengkeh sampai 2012 di Indonesia*. Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat, Bogor.
- Brahmana, HR. 1991. *Pengaruh penambahan minyak kruing dan besi oksida terhadap Mutu Minyak Nilam (Patchouli Oil)*. Komunikasi Penelitian 3 (4):33(")341.
- BSN. 1996. *Syarat mutu minyak daun cengkeh (SNI 06-2387-2006)*. Badan Standardisasi Nasional, Jakarta.
- Cook T.M. dan D.J. Cullen. 1987. *Industri kimia. Operasi, Aspek – aspek Keamanan dan Kesehatan. Terjemahan*. PT. Gramedia, Jakarta.
- EOA. 1975. *EGA Specifications and standards*. Essential Oil Association of USA, New York.
- Furniss, B., S. Haanaford, V. Rogers, P.W.G. Smith, dan A.R. Tatchell. 1984. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*. ELBS, Longman.
- Guenther, E. 1990. *Minyak Atsiri Jilid I*. Penerjemah S. Ketaren. Universitas Indonesia, Jakarta.
- Guenther, E. 1990. *Minyak Atsiri Jilid IV-B*. Penerjemah S. Ketaren. Universitas Indonesia, Jakarta.

- Handojo, L. 1995. *Teknologi Kimia Jilid II*. PT. Gramedia, Jakarta.
- Haznan, A. 2002. *Pemisahan Komponen Minyak Atsiri dengan Menggunakan Teknologi Distilasi Fraksinasi*. LIPI. Pusat Penelitian Kimia, Serpong.
- Ketaren, S. 1985. *Pengantar Teknologi Minyak Atsiri*. PN Balai Pustaka, Jakarta.
- Kurnia, A. dan A. Widyadhana. 2010. *Keseimbangan Cair – cair Sistem Eugenol + β -Caryophyllene + Etanol + Air pada Rentang Temperatur 303K-323K*. Institut Teknologi Surabaya, Surabaya.
- Marwati, T., M.S. Rusli, E. Noor dan E. Mulyono. 2005. *Peningkatan Mutu Minyak Daun Cengkeh Melalui Proses Pemumian*. Jurnal Penelitian Pascapanen Pertanian. 2 (2).
- Pahlessen AB. 1989. *Toxicity of Heavy Metals (Zn, Cu, Cd, Pb) to Vascular Plants*. Water, Air, and Soil Polutan 2:3-4.
- Rusli, M.S. 2010. *Sukses Memproduksi Minyak Atsiri*. PT AgroMedia Pustaka, Jakarta.
- Sastrohamidjojo, H. 2004. *Kimia Minyak Atsiri*. Gajah Mada University Press, Yogyakarta.
- USP. 2010. *United States Pharmacopeia 28*. Conventon.Inc, USA.