

EKSTRAKSI OLEORESIN FULI (*Myristica fragrans* Houtt) DENGAN MENGGUNAKAN METODE *SUPERCritical FLUID EXTRACTION*¹⁾

(Extraction of Mace Oleoresin Using Supercritical Fluid Extraction Method)

C. Hanny Wijaya²⁾, Fennywati³⁾, F.G. Winarno²⁾ dan M. Hadad⁴⁾

ABSTRAK

Residu pelarut organik dan penggunaan suhu tinggi dalam proses pemekatan merupakan kendala mutu pada oleoresin yang diproduksi dengan cara konservatif. Metode Supercritical Fluid Extraction (SFE) merupakan alternatif lain untuk mendapatkan mutu yang lebih baik. Penelitian ini bertujuan mempelajari penggunaan metode SFE untuk mengekstraksi oleoresin fuli, serta mengetahui pengaruh tipe dan tingkat kematangan buah terhadap mutu oleoresin yang dihasilkan.

Dari lima taraf tekanan dan dua taraf suhu yang dilakukan, diperoleh kondisi optimum ekstraksi pada tekanan 5000 psi dan suhu 35°C. Tipe buah tidak berpengaruh nyata pada rendemen dan parameter mutu oleoresin yang diperoleh. Tingkat kematangan buah berpengaruh pada sisa penguapan dan kandungan minyak atsiri oleoresin yang dihasilkan, tetapi tidak berpengaruh nyata pada parameter lainnya. Profil minyak atsiri oleoresin yang diperoleh berbeda dengan oleoresin pembanding (komersial). Semua oleoresin yang dihasilkan memenuhi standar Essential Oil Association dan SII.

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan penghasil pala terbesar dengan total produksi mencapai 75% produksi dunia (Smith, 1986). Semakin terbatasnya pelarut organik yang dapat dipergunakan, masalah residu pelarut yang tertinggal, disamping kemungkinan terdegradasinya hasil ekstrak akibat suhu tinggi yang merupakan kendala dalam pencapaian mutu yang tinggi, menyebabkan perlunya dilakukan penelitian guna mencari alternatif cara ekstraksi yang lebih baik. Metode *supercritical fluid extraction* merupakan salah satu alternatif yang dianggap potensial untuk digunakan.

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari penggunaan metode *supercritical fluid extraction* dalam mengekstrak oleoresin fuli pala, serta mengetahui pengaruh tipe buah dan tingkat kematangan terhadap rendemen dan mutu oleoresin yang dihasilkan.

¹⁾ Staf pengajar Jurusan Teknologi Pangan dan Gizi, Fateta, IPB

²⁾ Alumni Jurusan Teknologi Pangan dan Gizi, Fateta, IPB

³⁾ Staf Peneliti Ballitro, deptan, Bogor

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan baku yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah fuli pala yang diperoleh dari perkebunan pala milik Balitro (Pala Manado 13), milik petani di daerah Ciapus, Bogor dan milik petani di Sukabumi. Pala yang dipakai berasal dari jenis *Myristica fragrance* Hoult yang berumur antara 4 - 9 bulan.

Pelarut yang digunakan untuk ekstraksi adalah gas karbondioksida. Bahan kimia yang dipergunakan untuk analisa adalah etanol 90%, Toluena, Heksana, asam sulfat, Kalium Iodida dan Natrium Tiosulfat.

Alat-alat yang dipergunakan untuk persiapan bahan baku adalah alat pengering (*cabin drier*), penghancur, timbangan, sedangkan untuk ekstraksi adalah alat *supercritical fluid extraction*.

Alat-alat untuk analisa adalah alat penyuling minyak atsiri, parameter, refraktometer Abbe, thermometer, cawan porselen, timbangan, labu didih, gelas piala, pipet, peralatan soxhlet, labu Bildwell Sterling dan tanur serta alat kromatografi gas.

Metode

Penelitian ini dibagi atas penelitian pendahuluan yang bertujuan untuk mencari kondisi optimum ekstraksi dan penelitian utama untuk mengetahui pengaruh tipe buah dan tingkat kematangan. Pada penelitian pendahuluan dilakukan ekstraksi pada lima taraf tekanan yaitu 3500 psi, 4000 psi, 4500 psi, 5000 psi dan 5500 psi serta dua taraf suhu yaitu 35°C dan 40°C. Pada penelitian utama dilakukan ekstraksi menggunakan kondisi optimum yang diperoleh pada penelitian pendahuluan pada dua taraf tipe buah yaitu bulat dan lonjong, dan dua taraf tingkat kematangan yaitu muda (4-5 bulan) dan tua (8-9 bulan).

Fuli setelah dipisahkan dari biji dikeringkan hingga kadar airnya sekitar 6%. Fuli kering kemudian dihancurkan. Sebanyak 75 - 100 gram fuli kering halus dimasukkan ke dalam tabung ekstraktor dan ditutup hingga tertutup sempurna. Suhu tabung ekstraktor diatur sesuai dengan keinginan. Tabung gas karbondioksida dibuka, kompresor dijalankan. Bila tekanan sudah mencapai tekanan yang diinginkan katup ekstraktor karbondioksida diatur supaya tetap.

Proses ekstraksi dilakukan selama empat jam. Oleoresin yang dihasilkan ditampung dalam botol dan disimpan di dalam lemari pendingin.

Pengamatan yang dilakukan terhadap oleoresin yang dihasilkan meliputi rendemen oleoresin, bobot jenis oleoresin, kadar minyak atsiri, indeks bias minyak atsiri, sisa penguapan minyak atsiri, kelarutan dalam etanol 90% dan uji profil terhadap minyak atsiri. Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan standar yang ditetapkan oleh Essential Oil Association dan Standar Industri Indonesia.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian Pendahuluan

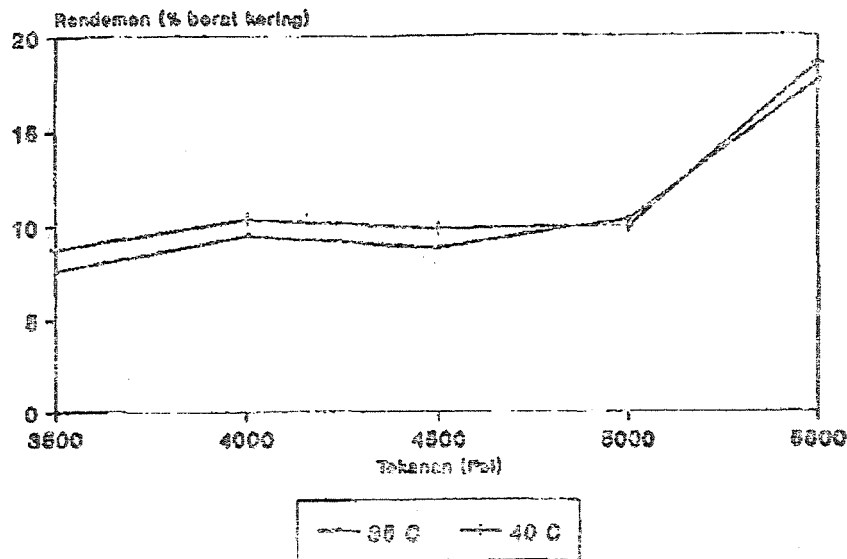
Fuli kering yang digunakan mempunyai kadar air sebesar 4.96%, kadar lemak 35.95% dan kadar abu 3.21%. Pengeringan dilakukan untuk menurunkan kadar air hingga mencapai tingkat di mana fuli tidak dapat ditumbuhi jamur. Pengukuran kadar air dilakukan menggunakan metode destilasi azeotropik karena fuli banyak mengandung komponen volatil yang dapat hilang bila menggunakan metode lain. Kadar air yang terlalu rendah menyebabkan bahan menjadi sangat higroskopis sehingga bahan mudah menyerap uap air kembali terutama setelah dihancurkan karena permukaannya bertambah luas.

Rendemen oleoresin yang diperoleh berkisar antara 7.65% bk (3500 psi, 35°C) - 18.65% bk (5500 psi, 40°C). Perlakuan suhu tidak berpengaruh nyata terhadap rendemen. Semakin tinggi tekanan, rendemen yang diperoleh juga cenderung semakin tinggi. Data rendemen secara lengkap dapat dilihat pada Gambar 1.

Bobot jenis oleoresin yang diperoleh berkisar antara 0,9620 (4000 psi, 35°C) - 1,0345 (5500 psi, 40°C). Bobot jenis oleoresin yang diekstrak pada 5500 psi lebih tinggi daripada standar EOA.

Nilai *Volatile Reducing Substances* menunjukkan kadar komponen volatil pereduksi. Nilai VRS yang diperoleh berkisar antara 71.33 meq/g - 75.67 meq/g.

Berdasarkan data yang diperoleh, ditetapkan kondisi optimum ekstraksi adalah pada 5000 psi, 35°C. Secara umum, oleoresin yang dihasilkan memiliki mutu yang baik, sehingga penggunaan metode ini sebagai alternatif pengganti metode konvensional dapat ditindak lanjuti (kendala yang dihadapi adalah lebih tingginya biaya investasi awal, pemeliharaan dan biaya produksi daripada metode konvensional).



Gambar 1. Grafik rendemen oleoresin yang diperoleh pada penelitian pendahuluan

Penelitian Utama

Pada saat dilakukan pemisahan fuli dari biji dan buah dilakukan pula pengukuran keseimbangan massa. Fuli yang digunakan terdapat sekitar 1,21% - 2,62% per buah. Perbandingan berat biji dan fuli berkisar antara 6,8 : 1 sampai 12,4 : 1. Fuli yang tua memiliki bobot yang lebih tinggi daripada fuli muda. Hal ini disebabkan oleh semakin menebalnya fuli seiring dengan penambahan umur.

Fuli yang digunakan memiliki kadar air 6%, kadar lemak 26,83% - 39,47% dan kadar abu 2,25% - 5,22%. Kadar lemak dan kadar abu fuli muda cenderung lebih tinggi daripada fuli tua. Hal ini mungkin disebabkan oleh terpakainya lemak sebagai sumber energi sehingga lemaknya berkurang seiring dengan pertumbuhan.

Hasil pengujian mutu dan rendemen oleoresin yang dihasilkan dengan perlakuan pada penelitian ini tersaji dalam Tabel 1.

Rendemen Oleoresin

Rendemen yang diperoleh berkisar 20,05%bk - 32,92%bk. Rendemen oleoresin dari fuli muda cenderung lebih tinggi. Tingginya rendemen oleoresin fuli muda dapat disebabkan oleh lebih tingginya kandungan minyak atsiri. Perlakuan tipe buah nampaknya tidak berpengaruh nyata terhadap rendemen oleoresin.

Bobot Jenis Oleoresin

Bobot jenis oleoresin yang diperoleh berkisar antara 0,9770 - 1,0012. Seluruh nilai tersebut masuk dalam standar mutu EOA yaitu 0.955 - 1,005.

Bobot jenis oleoresin ditentukan oleh bobot molekul komponen-komponen penyusun oleoresin. Semakin tinggi bobot molekul komponen penyusun akan semakin tinggi pula bobot jenisnya. Bobot jenis oleoresin yang dihasilkan dari fuli muda cenderung lebih tinggi daripada oleoresin fuli tua. Walau demikian tipe buah dan tingkat kematangan tidak memberikan pengaruh yang nyata terhadap bobot jenis oleoresin yang dihasilkan.

Tabel 1. Karakteristik fisika-kimia oleoresin fuli pala yang dihasilkan dengan metode SFE

Perlakuan	Rendemen (% bk)	Bobot JENIS	Kadar Minyak ATSIRI (%)	Indeks BIAS	Sisa Penguapan (mg/3 ml)	Kelarutan Dalam ETANOL 90 %
bulat, muda	32,92	0,9928	63,92	1,486	17,1	1:1 jernih, dst.
bulat, tua	20,05	0,9863	38,54	1,493	43,4	1:1 jernih, dst.
lonjong, muda	27,12	1,0012	65,65	1,488	22,5	1:1 jernih, dst.
lonjong, tua	25,83	0,9770	37,13	1,486	57,2	1:1, jernih, dst.

Kadar Minyak Atsiri

Kadar minyak atsiri yang diperoleh berkisar antara 37,13 %- 65,65 %. Tingginya kadar minyak atsiri yang dihasilkan disebabkan karena minyak atsiri fuli pala sebagian besar terdiri atas hidrokarbon monoterpen yang sangat larut dalam karbondioksida.

Perlakuan tipe buah tidak memberikan pengaruh yang nyata terhadap kadar minyak atsiri oleoresin fuli, sedangkan perlakuan tingkat kematangan berpengaruh sangat nyata. Kadar minyak atsiri oleoresin fuli muda lebih tinggi daripada oleoresin fuli tua.

Indeks Bias Minyak Atsiri

Nilai indeks bias minyak atsiri yang diperoleh berkisar antara 1,486 sampai 1,493. Seluruh nilai tersebut masuk dalam selang standar mutu EOA (1,469 - 1,500) dan SII (1,474 - 1,497).

Nilai indeks bias berhubungan dengan struktur dan komposisi senyawa organik didalam suatu bahan. Indeks bias akan meningkat dengan bertambah panjangnya rantai karbon senyawa organik, tetapi peningkatan ini akan berkurang dengan bertambahnya bobot molekul senyawa tersebut.

Perlakuan tipe buah dan tingkat kematangan tidak memberi pengaruh yang nyata terhadap nilai indeks bias minyak atsiri. Hal ini menunjukkan bahwa komponen penyusun minyak atsiri dari oleoresin fuli pala pada penelitian ini tidak terlalu berbeda.

Sisa Penguapan

Sisa penguapan dari minyak atsiri dari oleoresin fuli pala pada penelitian ini berkisar antara 17,1 - 57,2 mg/3 ml contoh. Seluruh oksigen yang dihasilkan masuk dalam selang standar mutu SII (maks 60 mg/3 ml contoh).

Sisa penguapan menunjukkan kandungan komponen yang tidak mudah menguap pada minyak atsiri yaitu resin. Semakin tinggi kadar sisa penguapan, akan semakin rendah mutu minyak atsiri, karena minyak atsiri seharusnya seluruhnya merupakan komponen volatil.

Tingginya sisa penguapan biasanya dikarenakan penyimpanan yang terlalu lama sehingga terjadi resinifikasi pada minyak atsiri tersebut. Selain itu mungkin juga disebabkan karena terbawanya sebagian resin pada oleoresin ke dalam minyak atsiri sehingga menimbulkan sisa penguapan yang tinggi.

Tipe buah tidak berpengaruh nyata terhadap sisa penguapan minyak-minyak atsiri, namun tingkat kematangan berpengaruh meningkatkan sisa penguapan dengan bertambahnya kematangan.

Kelarutan Dalam Etanol 90%

Kelarutan dalam alkohol diperlihatkan dengan jernihnya campuran. Seluruh minyak atsiri yang dihasilkan pada penelitian ini larut dalam etanol 90% dengan perbandingan volume 1:1. Keadaan ini sesuai dengan yang disyaratkan pada standar mutu SII.

Minyak atsiri oleoresin fuli sebagian besar tersusun atas hidrokarbon monoterpen yang larut dalam alkohol pekat. Semakin tinggi perbandingan volume menunjukkan semakin tingginya kandungan senyawa yang sulit larut dalam alkohol, yang antara lain adalah resin.

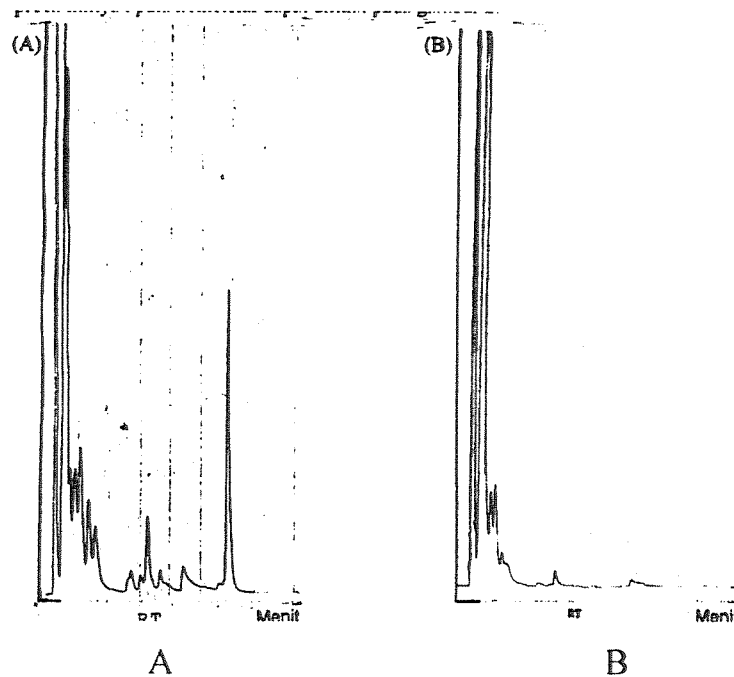
Perlakuan tipe buah dan tingkat kematangan tidak memberikan pengaruh nyata terhadap kelarutan minyak atsiri dalam etanol 90%.

Profil Minyak Atsiri

Profil minyak atsiri oleoresin fuli yang dihasilkan pada penelitian ini memiliki rata-rata 17 puncak. Dilihat dari jumlah dan luasan puncak kromatogram, dibandingkan dengan profil minyak pala komersial, profil minyak atsiri pada penelitian ini lebih baik dalam jenis komponen maupun jumlah komponen-komponen tertentu yang terkandung. Namun sebenarnya agak kurang tepat membandingkan profil komponen volatil minyak fuli yang dihasilkan disini dengan

minyak pala komersial karena biasanya minyak komersial diperoleh dari hasil penyulingan bersama-sama dengan biji pala.

Perlakuan tipe buah dan tingkat kematangan tidak berpengaruh nyata terhadap profil minyak atsiri yang dihasilkan. Salah satu profil minyak atsiri yang dihasilkan dan profil minyak pala komersial dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Profil minyak atsiri oleoresin fuli yang di ekstrak dengan metode SFE (A) dan minyak pala komersial (B)

KESIMPULAN

Rendemen oleoresin akan meningkat dengan SFE seiring dengan meningkatnya tekanan. Kondisi optimum ekstraksi oleoresin fuli pala adalah pada 5000 psi, 35°C.

Perlakuan tipe buah tidak berpengaruh nyata terhadap rendemen oleoresin dan seluruh parameter mutu yang diuji. Sedangkan perlakuan tingkat kematangan hanya berpengaruh sangat nyata terhadap mutu minyak atsiri oleoresin.

Rendemen oleoresin yang dihasilkan berkisar antara 20,25 %bk - 32,92 %bk, dengan Rendemen tertinggi diperoleh pada oleoresin dari fuli muda buah bulat.

Bobot jenis oleoresin yang diperoleh berkisar antara 0,9770 - 1,0012. Kadar minyak atsiri yang diperoleh berkisar antara 37,13 % - 65,65 %. Indeks bias minyak atsiri yang dihasilkan berkisar antara 1,4858 - 1,4925, sisa penguapan minyak atsiri berkisar antara 17,1 mg - 57,2 mg/3 ml contoh dan seluruh minyak atsiri yang dihasilkan larut dalam etanol 90 % dengan perbandingan volume 1:1.

Profil minyak atsiri oleoresin yang dihasilkan pada penelitian ini mempunyai jenis komponen yang lebih banyak dan kandungan komponen-komponen tertentu yang lebih besar jumlahnya bila dibandingkan dengan profil minyak pala komersial.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 1956. EOA Specification and standards. Essential Oil Association of USA. Lexinton Ave., New York.
- Anonim. 1975. Standard Industri Indonesia ; Syarat mutu minyak pala. Departemen Perdagangan RI, Jakarta.
- Guenther. E. 1947. The Essential Oil. Vol. I. D. Van Nostran, Reinhold, Co., New York.
- Ketaren. S. 1985. Pengantar Teknologi Minyak Atsiri. Balai Pustaka, Jakarta.
- Rizvi, S.S.H., A.L. Benado, J.A. Zollweg dan J.A. Daniels> Supercritical Fluid Extraction : Operating Principles and Food Applications. Food Technology 40 (6) 55-65. Institute of Food Technologists, USA.
- Smith, A.E. 1986. International Trade in Cloves, Nutmegs, Macc, Chinnamon, Cassia and Their Derivatives. Trop. Dev. and Res. Inst., London