

OPTIMASI PEMURNIAN ASAP CAIR DENGAN METODA REDISTILASI

[Optimization of Liquid Smoke Purification by Redistillation Method]

Purnama Darmadji¹⁾

¹⁾ Teknologi Pangan dan Hasil Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian- Universitas Gadjah Mada

ABSTRACT

Purification of liquid smoke is very important for the safety of the liquid smoke, because of content of tar and some carcinogenic substances. This research was done using redistillation process, with three factor treatment including: 1) distillation temperature, distillation time and condensation temperature. The range of distillation temperature was : 100°C, 100-125°C, 125-150°C and 150°C. Distillation time was 30, 60 and 90 minutes, and condensation temperature was : 10-15°C, 15-25°C and 25-30°C. The results indicated no detected tar content in the purified liquid smoke, and optimum condition for redistillation process was : 122.5°C for distillation temperature, distillation time was 69 minutes and condensation temperature was 24°C. At this optimum condition the value of phenol, carbonyl and total acid were 2.24%, 5.60% and 15.7%, respectively.

Key words: Liquid smoke, redistillation and optimum condition of redistillation

PENDAHULUAN

Asap merupakan sistem kompleks, terdiri dari fase cairan terdispersi dan medium gas sebagai pendispersi. Asap cair merupakan suatu campuran larutan dan dispersi koloid dari uap asap kayu dalam air yang diperoleh dari hasil pirdisa kayu atau dibuat dari campuran senyawa murni (Maga, 1988). Asap diproduksi dengan cara pembakaran yang tidak sempurna yang melibatkan reaksi dekomposisi konstituen polimer menjadi senyawa organik dengan berat molekul rendah karena pengaruh panas yang meliputi reaksi, reaksi oksidasi, polimerisasi, dan kondensasi (Girard, 1992). Partikel asap mempunyai diameter 0,1 µm. Proporsi partikel padatan dan cairan dalam medium gas menentukan kepadatan asap. Selain itu asap juga memberikan atribut warna dan flavor pada medium pendispersi gas (Faster dan Simpson, 1961).

Asap cair merupakan dispersi uap asap dalam air. Salah satu cara pembuatan cair yaitu dengan mengkondensasikan asap hasil pembakaran tidak sempurna dari kayu. Selama pembakaran, komponen dari kayu antara lain selulosa, hemiselulosa dan lignin akan mengalami pirolisa menghasilkan bermacam senyawa antara lain fend, karbonil, asam, furan, alkohol, laktan, hidrokarbon polisiklis aromatis dan lain sebagainya (Girard, 1992).

Proses pirolisa melibatkan berbagai proses reaksi yaitu dekomposisi, oksidasi, polimerisasi, dan kondensasi. Reaksi-reaksi yang terjadi selama pirolisa kayu adalah : penghilangan air dari kayu pada suhu 120-150°C, pirolisa

hemiselulosa pada suhu 200-250°C, pirolisa selulosa pada suhu 280-320°C dan pirolisa lignin pada suhu 400°C. Pirolisa pada suhu 400°C ini menghasilkan senyawa yang mempunyai kualitas organoleptik yang tinggi dan pada suhu lebih tinggi lagi akan terjadi reaksi kondensasi pembentukan senyawa baru dan oksidasi produk kondensasi diikuti kenaikan linier senyawa tar dan hidrokarbon polisiklis aromatis (Girard, 1992; Maga, 1988).

Hemiselulosa adalah komponen kayu yang mengalami pirolisa paling awal menghasilkan furfural, furan, asam asetat dan homolognya. Hemiselulosa terdiri tersusun dari pentosan (C₅H₈O₄) dan heksosan (C₆H₁₀O₅) dan rata-rata proporsi ini tergantung pada spesies kayu. Pirolisis dari pentosan membentuk furfural, furan dan turunannya beserta suatu seri yang panjang dari asam karboksilat. Bersama-sama dengan selulosa pirolisis heksosan membentuk asam asetat dan homolognya. Dekomposisi hemiselulosa terjadi pada suhu 200-250°C (Girard, 1992). Lignin dalam pirolisis menghasilkan senyawa yang berperan terhadap aroma asap dari produk-produk hasil pengasapan. Senyawa-senyawa tersebut adalah fenol dan eter fenolik seperti guaiakol (2 metoksi fenol) dan homolognya serta turunannya. Fenol dihasilkan dari dekomposisi lignin yang terjadi pada suhu 300°C dan berakhir pada suhu 450°C. (Girard, 1992). Proses selanjutnya yaitu pirolisa selulosa menghasilkan senyawa asam asetat, dan senyawa karbonil seperti asetaldehid, glioksal dan akreolin. Pirolisa lignin akan menghasilkan senyawa fenol, guaiakol, siringol bersama dengan homolog dan derivatnya (Maga, 1988).

Tempurung kelapa dikategorikan oleh Grimwood (1975) sebagai kayu keras, tetapi mempunyai kadar lignin lebih tinggi dan kadar selulosa lebih rendah. Pirolisa tempurung kelapa menghasilkan senyawa fenol 4,13%, karbonil 11,30% dan keasaman 10,2% (Tranggono, 1996 ; Darmadji, 1996).

Asap cair mempunyai berbagai sifat fungsional. Fungsi terutama adalah untuk memberi flavor dan warna yang diinginkan pada produk asapan yang diperankan oleh senyawa fenol dan karbonil. Fungsi selanjutnya yaitu dalam pengawetan karena kandungan senyawa fenol dan asam yang berperan sebagai antibakteri dan antioksidan (Pszczola, 1995). Asap cair juga mengandung senyawa yang merugikan yaitu ter dan senyawa benzopiren yang bersifat toksik dan karsinogenik serta menyebabkan kerusakan asam amino esensial dari protein dan vitamin-vitamin. Pengaruh ini disebabkan adanya sejumlah bahan kimia yang terdapat dalam asap cair yang dapat melakukan reaksi-reaksi dengan komponen bahan makanan (Pszczola, 1995).

Redistilasi merupakan salah satu cara pemurnian terhadap asap cair, yaitu merupakan proses pemisahan kembali suatu larutan berdasarkan perbedaan titik didihnya. Redistilasi asap cair dilakukan untuk menghilangkan senyawa-senyawa yang tidak diinginkan dan berbahaya, seperti poliaromatik hidrokarbon (PAH) dan tar, dengan cara pengaturan suhu didih sehingga diharapkan didapat asap cair yang jernih, bebas ter dan benzopiren.

Penelitian ini dimaksudkan untuk pemurnian asap cair terhadap senyawa tar sekaligus pengurangan senyawa hidrokarbon polisiklis aromatik dengan cara redistilasi asap cair tempurung kelapa pada suhu dan waktu tertentu.

METODOLOGI

Bahan dan alat

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah asap cair tempurung kelapa yang dibuat pada suhu 400°C selama 1 jam. Asap cair yang diperoleh disimpan selama satu minggu untuk memberi kesempatan tar dan senyawa tidak larut lainnya mengendap. Bahan lain yang digunakan yaitu reagen untuk analisa fenol, karbonil, asam serta untuk uji antioksidan, antibakteri dan potensi pencoklatan.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pirolisator, alat distilasi yang dilengkapi alat pengatur suhu, penangas oli, Spectrophotometer UV-12011V (Shimadzu) Colourmeter, serta alat-alat untuk analisa proksimat dan uji antimikrobia, antioksidan dan potensi pencoklatan.

Cara Penelitian

Asap cair diproduksi dengan proses pirolisa tempurung kelapa pada suhu 400°C selama 1 jam. Asap yang terbentuk dikondensasi dengan air sebagai media pendinginnya.

Pemurnian asap cair dilakukan dengan cara redistilasi. Asap cair dimasukkan dalam labu distilasi, dipanaskan menggunakan pemanas listrik dengan media penangas oli. Suhu yang ditera adalah suhu asap cair dalam labu distilasi. Faktor-faktor penelitian untuk optimasi proses redistilasi adalah suhu distilasi yaitu sampai dengan 100°C, 100-125°C, 125-150°C dan 150-200°C. Redistilasi asap cair dianalisa kadar fenol dengan metoda Senter (1989), total karbonil dengan metode colormetric menurut Lappin dan Clark (1951) dan analisa total asam dengan metoda titrasi (AOAC, 1995). Dilanjutkan uji antioksidan dengan metoda Pikul, et al., (1989), antibakteri (metoda difusi) dan potensi pencoklatan (Riha and Wendorf, 1993).

Optimasi redistilasi asap cair dilakukan dengan menggunakan Response Surface Methodology (Montgomery 1991). Desain eksperimen dengan metoda ini menggunakan simb ol kode dan tak kode. Data kode dibuat rancangan tiga variabel tiga tingkat. Setiap variabel mempunyai tiga tingkat kode yaitu -1, 0, 1. Kode 0 mewakili data yang mendekati titik optimum, sedangkan -1 dan 1 mewakili data di bawah dan di atas titik optimum. Variabel tak berkode merupakan variabel yang berpengaruh. Faktor optimasi dan kode pada penelitian ini adalah suhu distilasi <100°C (-1), 100-125°C (0) dan >125°C (1); waktu redistilasi : 30 menit (-1), 60 menit (0) dan 90 menit (1); suhu kondensasi : 10-15°C (-1), 15-25 °C (0) dan 25-30 °C (1). Dari kombinasi tiga perlakuan tersebut dibuat tabel 15 pengamatan adalah kadar fenol, karbonil dan keasaman. Model persamaan matematik diselesaikan dengan program Statistik dan Matlab sehingga didapatkan nilai optimum dari masing-masing perlakuan yang ditampilkan dalam bentuk model persamaan kwadrat matematik dengan 9 variabel, yang akhirnya didapatkan nilai optimum dari masing-masing perlakuan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Rendemen, kadar fenol, karbonil dan asam redistilat asap cair pada berbagai suhu terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data proksimat asap cair tempurung kelapa

Fraksi asap cair	Rendemen (%v/v)	Karbonil (%b/v)	Fenol (%b/v)	Keasaman (% b/v)
Fraksi s/d suhu 100°C (A)	15.72 ± 0,27	14,06 ± 0,19	1.64 ± 0,06	4.94 ± 0,13
Fraksi suhu 100-125°C (B)	42.11 ± 1,54	3.63 ± 0,06	1,30 ± 0,03	7.68 ± 0,04
Fraksi suhu 125-150°C (C)	27.22 ± 0,69	5.94 ± 0.16	1,75 ± 0,06	14.01± 0,10
Fraksi suhu 150-200°C (D)	3.69 ± 1.01	11.91 ± 0,11	1.25 ± 0,10	29.10 ± 0,24

Rendemen redistilat asap cair tempurung kelapa paling banyak didapat pada fraksi B dengan suhu 125-150°C sebanyak 42.11%, dan terkecil pada fraksi terakhir yaitu fraksi D sebesar 3.69%. Hal ini diduga karena fraksi B adalah redistilasi pada suhu antara 100–125°C, sehingga hampir semua air yang ada pada asap cair menguap dan memperbesar rendemen yang diperoleh. Fraksi D adalah redistilasi pada suhu 150-200°C yang diperkirakan tidak mengandung air bebas. Sisa redistilasi berupa cairan kental berwarna kehitaman yang diduga mengandung komponen tar.

Kadar karbonil diperoleh paling tinggi pada fraksi A sebesar 14.06%, dan terendah pada fraksi B sebesar 3.63%. Hal ini karena titik didih komponen karbonil paling rendah di antara ketiga komponen utama asap cair. Kadar fenol yang rendah pada fraksi asap cair dikarenakan kebanyakan senyawa fenol mempunyai titik didih tinggi.

Daya antibakteri fraksi-fraksi asap cair terlihat pada Tabel 2. Semakin tinggi suhu fraksinasi kemampuan menghambat pertumbuhan bakteri patogen semakin besar, hal ini disebabkan karena kenaikan kadar fenol dan kadar asam pada redistilasi suhu tinggi, sebab daya antibakteri diperankan oleh fenol dan asam dalam asap cair (Darmadji, 1996). Dari Tabel tersebut dapat dilihat bahwa kemampuan penghambatan oksidasi linoleat yang terbesar diberikan

pada fraksi D walaupun secara keseluruhan tidak berbeda secara nyata. Hal ini disebabkan kandungan fenol masing-masing fraksi juga merata. Senyawa fenol yang mempunyai aktifitas antioksidan tinggi dihasilkan oleh proses pirolisa pada suhu tinggi yaitu lebih dari 300°C. Sehingga pada redistilasi dengan suhu dibawah 200°C, fenol yang mempunyai titik didih yang tinggi tidak terdistilasi. Warna yang dihasilkan oleh fraksi-fraksi asap cair cenderung naik dari fraksi A ke fraksi D yaitu dari 37.04 sampai 103.17. Padahal kalau dilihat dari kadar karbonil masing-masing fraksi, fraksi A mempunyai kadar karbonil yang paling tinggi. Hal ini membuktikan bahwa kadar karbonil tidak menggambarkan kemampuan asap cair untuk membentuk warna coklat, atau karbonil bertitik didih rendah tidak begitu berperan pada pembentukan warna coklat.

Optimasi redistilasi asap cair

Optimasi dilakukan dengan menggunakan response surface methodology. Dari 3 variabel suhu redistilasi, waktu redistilasi dan suhu kondensasi maka didapatkan tabel menurut Box-Benhken sebagai berikut (Tabel 3.)

Tabel 2. Antimikrobia dan antioksidan dan potensi pencoklatan fraksi-fraksi asap cair

Fraksi	TBA value (mg malonaldehyde/kg) Setelah hari ke 4	Antibakteri (mm dia. zone jernih)		Potensi pencoklatan $\Delta E = (\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2)^{0.5}$
		E.coli	S.aureus	
A	3.94	13.60	21.65	37.03 ± 0.74
B	3.87	14.00	20.50	52.68 ± 1.58
C	3.76	18.10	23.40	72.49 ± 1.06
D	3.44	21.75	31.25	103.17 ± 1.39
Ac	2.85	16.60	24.43	126.19 ± 2.06
Kontrol	5.56	13.0	13.0	0

Tabel 3. optimasi redistilasi asap cair

No	Suhu Penguapan (C)	Waktu (Menit)	Suhu Kondensasi (C)	Rendemen Redistilat (%)	Kadar Phenol (%)	Kadar Karbonil (%)	Kadar Asam (%)
1	<100 (-1)	30 (-1)	15-25 (0)	15.72	1.70	5.47	5.46
2	<100 (-1)	90 (1)	15-25 (0)	30.51	1.66	5.70	6.76
3	>125 (1)	30 (-1)	15-25 (0)	28.72	1.56	6.25	6.23
4	>125 (1)	90 (1)	15-25 (0)	36.71	1.94	5.89	13.11
5	<100 (-1)	60 (0)	10-15 (-1)	28.92	2.82	6.73	14.27
6	<100 (-1)	60 (0)	25-30 (1)	28.71	1.35	5.71	8.54
7	>125 (1)	60 (0)	10-15 (-1)	38.81	2.39	6.83	7.08
8	>125 (1)	60 (0)	25-30 (1)	38.62	1.69	6.20	12.97
9	100-125 (0)	60 (-1)	10-15 (-1)	24.65	1.75	5.49	12.43
10	100-125 (0)	30 (-1)	25-30 (1)	22.76	1.65	3.05	8.51
11	100-125 (0)	90 (1)	10-15 (-1)	34.35	1.49	3.30	8.06
12	100-125 (0)	90 (1)	20-35 (1)	38.27	1.10	4.71	9.24
13	100-125 (0)	60 (0)	15-25 (0)	42.15	1.35	4.52	8.29
14	100-125 (0)	60 (0)	15-25 (0)	42.15	1.33	4.61	8.26
15	100-125 (0)	60 (0)	15-25 (0)	42.11	1.33	4.53	8.21

Adapun model matematik yang digunakan adalah :

$$Y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 - a_4X_1^2 - a_5X_2^2 - a_6X_3^2 - a_7X_1X_2 + a_8X_1X_3 + a_9X_2X_3$$

Dari analisa menggunakan Response Surface Methodology (RSM) didapatkan nilai konstanta pada persamaan matematik sebagai berikut (Tabel 4):

Dari hasil perhitungan matriks dengan Matlab didapatkan kondisi optimum untuk proses redistilasi seperti tertera dalam Tabel 5.

Tabel 4. Nilai konstanta persamaan matematik

	A ₀	A ₁	a ₂	a ₃	a ₄	a ₅	a ₆	a ₇	a ₈	a ₉
Rendemen	42.14	4.85	5.97	0.25	-5.25	-9.02	-3.12	-1.75	0.1	1.45
Fenol	2.21	0.006	0.017	-0.52	0.73	-0.19	-0.15	0.12	0.17	0.09
Karbonil	5.58	0.32	-0.46	-0.16	1.83	-0.58	0.21	-0.15	0.34	1.07
Asam	16.9	0.14	-0.19	-1.87	0.26	1.61	0.94	-1.55	0.44	0.10

Tabel 5. Kondisi optimasi proses redistilasi

Suhu redistilasi (°C)	Waktu redistilasi (menit)	Suhu kondensasi (°C)	Nilai konversi
120.6	48	23.4	Rendemen : 42.2%
123.2	62	24.1	Fenol : 2.24
125.1	57	22.9	Karbonil : 5.60
126.9	82	26.3	Asam : 15.7
			Kadar tar : -

Untuk menentukan nilai optimum proses pemurnian dengan cara redistilasi ini diambil nilai tengah dari kondisi proses tersebut yaitu untuk suhu redistilasi 122.5°C, waktu redistilasi 69 menit dan suhu kondensasi 24°C.

KESIMPULAN DAN SARAN

Dari kondisi optimum tersebut dapat disimpulkan bahwa optimasi redistilasi pada kondisi suhu redistilasi : antara 122.5°C, waktu redistilasi antara 69 menit dan suhu kondensasi antara 24°C. Pada kondisi optimum tersebut kadar tar tidak tertera sedangkan kadar kadar fenol, karbonil dan asam berturut-turut 2.24%, 5.60% dan 15.7% serta rendemannya 42.2%.

Perlu dianalisa senyawa benzopyrene dalam redistilat asap cair, apakah betul keberadaannya sesuai dengan keberadaan senyawa tar.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Proyek QUE Batch III Program Studi Teknologi Pengolahan Hasil Pertanian, Universitas Gadjah Mada yang telah membiayai penelitian ini lewat Project Grant.

DAFTAR PUSTAKA

- AOAC, 1995.** Association of Official Analytical Chemistry Official Method of Analysis. Benyamin Frranklin Ed. Washington D.C.
- Darmadji, P. 1996.** Antibakteri asap cair dari limbah pertanian. Agritech 16(4) 19-22.
- Girrad, J.P. 1992.** Smoking. In Technology of Meat Products. Clermont Ferrand. Ellis Horwood, New York pp: 165-205.
- Lappin, G.R. and L.C. Clark, 1951.** Coloric Methods for Determination of Trace Carbonyl Compound. Anal. Chem.23: 123-129.
- Maga, J.A. 1988.** Smoke in food processing. CRC Press, Inc. Boca Raton, Florida, pp : 1-3; 113-138.
- Montgomery, D.C. 1991.** Design and Analysis of Experiments. Third Ed. John Wiley and Sons. New York.
- Pikul, J., D.E. Leszczynski and F.A. Kummerow. 1989.** Evaluation of three modified TBA methods for measuring lipid oxidation in chicken meat. J. Agric. of Food Chem. 37 : 1309-1313.
- Pszczola, D.E. 1995.** Tour highlights production and uses of smoke base flavors. Food Tech. (49):70-74.
- Riha, W.E. and W.I. Wendorff. 1993.** BrowningPotential of Liquid Smoke Solution: Comparison of two methods. J. Food. Sci. 58:671-674.
- Senter, S.D., J.A. Robertson and F.I. Meredith. 1989.** Phenolic Compound of the Mesocarp of Creathaven Peaches during Storage and Ripening. J. Food. Sci.54:1259-1268.
- Tranggono, Suhardi, B. Setiaji, P. Darmadji, Supranto, Sudarmanto dan R. Amunanto. 1997.** Identifikasi asap cair dari berbagai jenis kayu dan tempurung kalapa. J. Ilmu dan Teknologi Pangan 1(2)15-24.