

Suprihatin, S. Ketaren, S. Ngudiwaluyo, dan A. Friyadi

ISOLASI MIRISTISIN DARI MINYAK PALA (*Myristica fragrans*) DENGAN METODE PENYULINGAN UAP

Suprihatin¹, S. Ketaren¹, S. Ngudiwaluyo² dan A. Friyadi¹

¹Departemen Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian – IPB

²Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi, Jakarta

ABSTRACT

Myristicin ($C_{11}H_{12}O_3$) is one of the most important constituents of the nutmeg oil. *Myristicin* is toxic and hallucinogenic agent in nutmeg and mace. Isolation of *myristicin* can be carried out by steam distillation. The objective of this research was to extract *myristicin* from nutmeg oil by steam distillation. Nutmeg oil was distilled at pressure 15 mmHg, 145, 150 and 155°C for concentration. The highest *myristicin* content in oil fraction was 70.10% with concentration 786.99 g/l obtained by distillation at 145°C. Under this operating condition the yield of oil fraction was 6.72%. Isolation *myristicin* by steam distillation method was conducted at atmospheric pressure for 2, 2.5 and 3 hours. The highest *myristicin* content in oil fraction was 84.44% with concentration 916.25 g/l which was obtained by steam distillation of 3 hours.

Key words : *Myristicaceae*, *myristicin*, *nutmeg oil*, *steam distillation*

PENDAHULUAN

Tanaman pala termasuk dalam famili *Myristicaceae* merupakan tanaman khas Indonesia. Tanaman ini banyak dihasilkan di kepulauan Maluku dan pulau-pulau sekitarnya. Pemanfaatan buah pala telah berlangsung cukup lama, baik dilakukan secara tradisional maupun usaha yang lebih berkembang lagi. Usaha-usaha tersebut antara lain pengolahan biji pala dan minyak pala yang saat ini memiliki nilai jual yang tinggi. Produk dari buah pala lainnya yang cukup terkenal adalah manisan pala yang banyak dikembangkan di daerah Jawa Barat, yakni di Bogor, Cianjur dan Sukabumi.

Minyak pala adalah minyak atsiri yang dihasilkan melalui proses penyulingan dengan menggunakan uap dari biji dan fuli yang telah masak dan kering. Minyak pala biasanya didapatkan setelah lemak yang terkandung di dalamnya dibuang terlebih dahulu.

Miristisin yang terdapat dalam minyak pala bersifat racun, mudah terabsorpsi pada konstituen lain dalam minyak pala dan memiliki bau yang sangat intens. Miristisin dapat digunakan sebagai obat bius dan campuran obat-obatan tertentu dalam bidang farmasi. Zat ini merupakan agen yang bersifat halusinogen dan toksik yang dapat menyebabkan keracunan pada dosis yang berlebih. Meskipun demikian, miristisin sangat bermanfaat dalam pencegahan terbentuknya tumor, dan dapat digunakan dalam teknik pingsan ikan ekspor sehingga kondisi ikan selalu segar selama transportasi. Selain itu, kemampuan mencegah terjadinya keracunan hati

karbon tetraklorida pada tikus, merupakan hal lain yang menambah daya tarik miristisin (Wallis, 1960).

Miristisin dapat dihasilkan melalui isolasi dengan cara *fractional distillation* (Guenther, 1952). Miristisin juga dapat diisolasi dengan metode pemisahan terpena, yakni dengan menggunakan kromatografi kolom. Metode lain yang dapat dilakukan adalah dengan proses penyulingan uap (Sudjadi, 1988).

Penyulingan merupakan suatu perubahan cairan menjadi uap dan uap tersebut didinginkan kembali menjadi cairan. Unit operasi distilasi merupakan metode yang digunakan untuk memisahkan komponen-komponen yang terdapat dalam cairan atau campuran dan tergantung pada distribusi komponen-komponen tersebut antara fasa uap dan fasa cair (Geankoplis, 1983).

Penyulingan uap merupakan suatu metode untuk isolasi dan pemurnian senyawa. Metode ini digunakan untuk cairan yang tidak bercampur atau hanya sedikit bercampur (Sudjadi, 1988). Uap jenuh yang berasal dari cairan yang sama sekali tidak bercampur akan mengikuti hukum Dalton mengenai tekanan parsial, yakni tekanan total dari suatu campuran adalah jumlah tekanan parsial. Tekanan parsial bersifat proposional terhadap fraksi mol dari konstituen dalam fase uap (Coulson dan Richardson 1968).

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengisolasi miristisin sebagai konstituen khas minyak pala dengan metode penyulingan uap, dan menentukan suhu pemekatan miristisin dan lama penyulingan yang terbaik pada metode penyulingan uap.

BAHAN DAN METODE

Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah minyak pala. Bahan-bahan yang digunakan pada penyulingan yaitu vaselin, batu didih, air pendingin, alkohol, eter, NaCl, NaOH 0,1 N, larutan fenoltalein 1%, pelarut benzene, kloroform, heksana, vanilin, H₂SO₄ 1 M dan air suling.

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat penyulingan, volt regulator, pompa vakum, kromatografi gas, piknometer, polarimeter, refraktometer, labu penguapan, timbangan analitis digital, desikator, labu erlenmeyer, labu penguapan, buret, tabung reaksi dan penyaring vakum. Penelitian dilakukan di Lab. Khemurgi, BBIHP Bogor.

Penelitian Pendahuluan

Penelitian pendahuluan dibagi dua bagian, yaitu karakterisasi minyak pala dan penentuan suhu pemekatan minyak pala. Karakteristik yang dianalisis meliputi parameter warna, bobot jenis, putaran optik, indeks bias, residu penguapan kelarutan dalam alkohol, kadar asam dan analisis kromatografi gas untuk mengetahui kadar miristisin dan komponen lainnya dalam minyak.

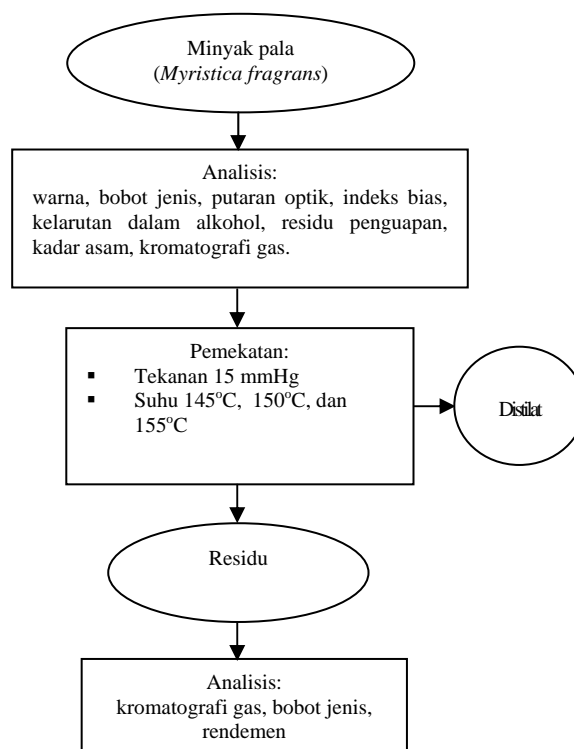
Pemekatan minyak pala dengan suhu sebagai faktor perlakuan untuk mendapatkan suhu terbaik yang menghasilkan rendemen dan konsentrasi miristisin tertinggi. Sebanyak 200 ml minyak pala disuling dalam labu didih 500 ml. Pemekatan minyak dilakukan dengan metode penyulingan pada tekanan 15 mmHg. Menurut Guenther (1952), pada tekanan ini miristisin memiliki titik didih 149,5°C. Dengan alasan tersebut, suhu pemekatan yang digunakan dibedakan menjadi tiga taraf perlakuan yaitu 145, 150 dan 155°C. Diagram alir penelitian pendahuluan dapat dilihat pada Gambar 1. Penyulingan berlangsung sampai suhu yang ditentukan.

Penelitian Utama

Penelitian utama terdiri dari dua bagian, yaitu pemekatan minyak pala dan pemurnian miristisi. Pemekatan minyak pala dilakukan pada tekanan 15 mmHg dan suhu yang telah ditentukan pada penelitian pendahuluan di atas. Tata laksana proses pemekatan sama dengan proses penentuan suhu pada penelitian pendahuluan. Perbedaannya, volume minyak pala yang digunakan pada proses pemekatan ini lebih banyak, yaitu 1500 ml yang dimasukkan ke dalam labu didih berkapasitas 2000 ml. Fraksi sisa yang dihasilkan kemudian digunakan pada bagian penelitian selanjutnya.

Proses pemurnian dilakukan dengan menggunakan penyulingan uap pada tekanan 1 atm dengan lama penyulingan sebagai faktor perlakuan.

Sebanyak 20 ml fraksi hasil pemekatan dicampurkan dengan 200 ml air dan 10 g NaCl yang membentuk campuran dua fase yang tidak bercampur satu sama lain. Lama penyulingan yang digunakan dibedakan menjadi tiga taraf perlakuan yaitu 2 jam, 2,5 jam dan 3 jam. Proses pemurnian ini bertujuan untuk mendapatkan isolat terbaik yang memiliki kadar dan konsentrasi yang tinggi. Diagram alir penelitian utama disajikan pada Gambar 2.



Gambar 1. Diagram alir penelitian pendahuluan.

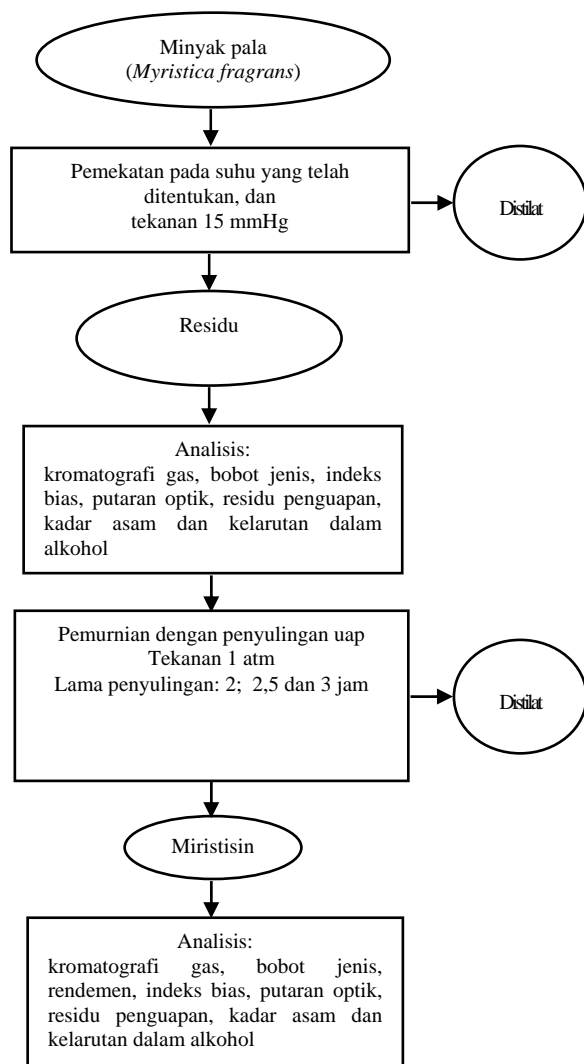
HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian Pendahuluan

Analisis karakteristik minyak pala dilakukan sebagai tahap awal penelitian pendahuluan. Analisis ini dimaksudkan untuk menentukan karakteristik minyak pala yang digunakan, sehingga dapat diketahui perubahan yang terjadi selama proses isolasi berlangsung. Lebih khusus lagi, analisis ini dimaksudkan untuk mengetahui konsentrasi miristisin yang terkandung dalam minyak pala sehingga dapat dibandingkan dengan jumlah dan konsentrasi miristisin pada rendemen isolat yang dihasilkan pada proses pemekatan dan pemurnian. Hasil karakterisasi minyak pala disajikan pada Tabel 1.

Tahap penelitian selanjutnya adalah penentuan suhu terbaik untuk pemekatan, yaitu suhu pemekatan yang menghasilkan isolat terbaik yakni residu yang

memiliki rendemen dan konsentrasi miristisin tertinggi. Gambar 3 menunjukkan pengaruh suhu pemekatan pada kadar kemurnian dan konsentrasi miristisin. Kadar miristisin menunjukkan kadar kemurnian miristisin. Prinsip penentuan kadar kemurnian miristisin adalah persentase luas puncak area kromatogram hasil analisa kromatografi gas, yaitu: kadar kemurnian (%) = $\frac{\text{luas puncak area kromatogram}}{\text{luas puncak area kromatogram standar}} \times C$ / luas puncak area kromatogram standar, dengan C = konsentrasi miristisin standar (12%) (Padmawinata dan Soediro, 1987). Sedangkan konsentrasi miristisin menunjukkan bobot miristisin dalam residu per 1 liter residu. Terlihat pada Gambar 3 bahwa perlakuan suhu pemekatan memberikan pengaruh nyata terhadap persentase kadar dan konsentrasi miristisin.



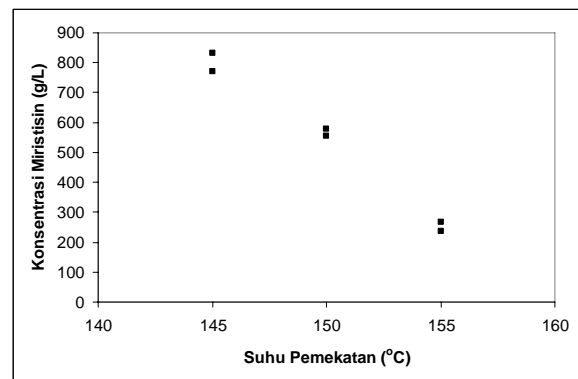
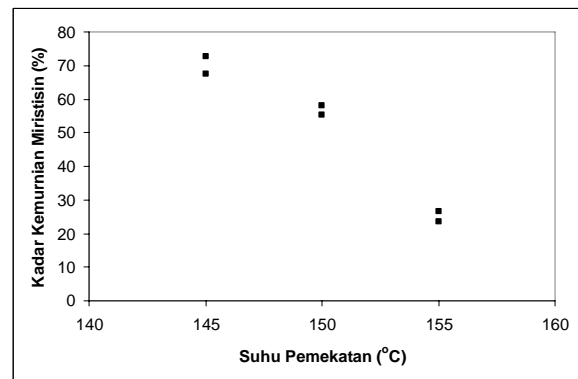
Gambar 2. Diagram alir penelitian utama

Hasil sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 1 dan Gambar 3 menunjukkan bahwa penyulingan sampai suhu 145°C akan menguapkan banyak fraksi

ringan dari minyak pala, tetapi sedikit menguapkan miristisin. Sebaliknya, penyulingan yang dilakukan sampai suhu 155°C, selain akan menguapkan fraksi ringan dari minyak pala, juga akan banyak menguapkan miristisin. Hal ini disebabkan karena titik didih miristisin pada tekanan 15 mmHg yang ditetapkan adalah 149,5°C, sehingga pada suhu 155°C titik didih miristisin sudah terlampaui dan menyebabkan banyak miristisin yang teruapkan. Pada suhu 145°C, miristisin belum sampai pada titik didihnya sehingga hanya sedikit miristisin yang teruapkan.

Tabel 1. Hasil analisis karakteristik minyak pala

Parameter	Nilai
Warna	Jernih kekuningan
Bobot jenis (25°C)	0,9041 g/ml
Indeks bias	1,4820
Putaran optik	+ 6° 19'
Kelarutan dalam alkohol	1:1 - 1:4 jernih, seterusnya opalesensi
Kadar asam	0,53 %
Residu penguapan	11,82 %
Total miristisin	22,6 %



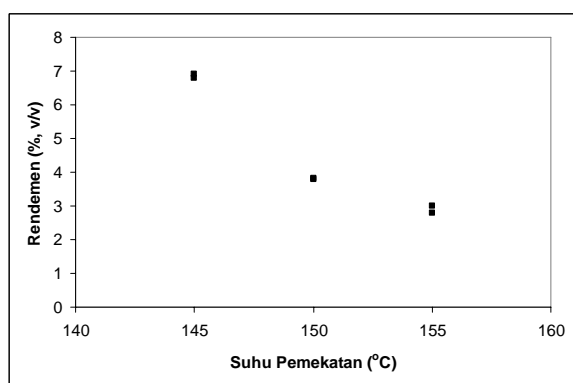
Gambar 3. Kemurnian dan konsentrasi miristisin pada berbagai suhu pemekatan

Miristisin yang ikut teruapkan pada suhu 145°C meskipun belum sampai pada titik didihnya, terjadi karena berlakunya hukum Raoult pada proses

penyulingan ini. Hukum ini menyatakan bahwa tekanan uap suatu senyawa sebanding dengan jumlah mol senyawa yang terdapat dalam suatu volume larutan. Ini berarti tekanan uap suatu larutan adalah tekanan jumlah dari senyawa-senyawa penyusunnya, yang masing-masing senyawa itu memiliki tekanan uap dari hasil perkalian antara tekanan uap senyawa murni dengan fraksi molnya. Setiap senyawa penyusun memiliki peranan dalam menentukan tekanan uap larutan sehingga memiliki kontribusi yang sama dalam penguapan meskipun dengan jumlah mol yang berbeda. Miristisin yang merupakan salah satu senyawa penyusun minyak pala yang disuling, akan ikut menguap meskipun belum sampai pada titik didihnya.

Namun demikian, dari hasil ini tidak dapat disimpulkan bahwa semakin rendah suhu yang ditetapkan pada penyulingan, akan menghasilkan persentase miristisin yang semakin tinggi pada residu dan akan menguapkan miristisin yang semakin kecil pada distilat. Penentuan suhu yang lebih rendah lagi akan menyebabkan banyaknya fraksi ringan yang tidak teruapkan dan tinggal dalam residu. Hal tersebut dapat menyebabkan rendemen miristisin yang dihasilkan pada residu akan semakin rendah.

Untuk rendemen yang dihasilkan pada masing-masing fraksi, dapat diketahui bahwa fraksi dengan suhu 145°C menghasilkan nilai rendemen 6,72 % yang merupakan rendemen tertinggi, fraksi dengan suhu 150°C menghasilkan nilai rendemen 3,84 %, dan fraksi dengan suhu 155°C menghasilkan nilai rendemen 2,92 % yang merupakan rendemen terendah. Gambar 4 menunjukkan hubungan antara suhu pemekatan dan rendemen pemekatan yang diperoleh.



Gambar 4. Hubungan antara suhu pemekatan terhadap rendemen residu

Penelitian Utama

Penelitian utama dimulai dengan proses pemekatan minyak pala pada tekanan 15 mmHg dengan

suhu 145°C yang telah ditentukan sebelumnya pada penelitian pendahuluan. Proses pemekatan ini bertujuan untuk meningkatkan kadar dan konsentrasi miristisin dengan memisahkannya dari fraksi ringan yang terkandung dalam minyak pala. Dengan demikian, isolasi atau pemurnian miristisin yang dilakukan pada tahap selanjutnya akan lebih mudah dan tidak memerlukan waktu yang terlalu lama. Kadar miristisin dan analisis bahan hasil pemekatan dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Karakteristik residu hasil pemekatan

Parameter	Nilai
Kadar miristisin	67,53 %
Bobot jenis	1,0839 g/ml
Indeks bias	1,5367
Putaran optik	2° 06'
Kadar asam	7,69 %
Residu penguapan	0,01 %
Kelarutan dalam alkohol	1:1 sampai 1:4 larut, seterusnya larut

Tahap selanjutnya dari penelitian utama adalah proses pemurnian dengan penyulingan uap. Tahap ini bertujuan untuk menentukan lama penyulingan yang menghasilkan isolat terbaik yakni residu yang memiliki kadar dan konsentrasi miristisin yang paling tinggi.

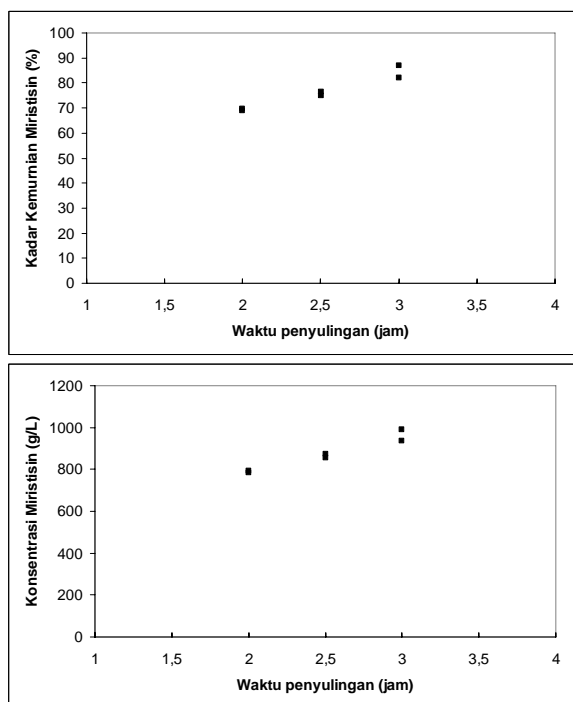
Prinsip yang digunakan dalam proses ini adalah memurnikan senyawa dengan memanfaatkan senyawa lain yang memiliki titik didih lebih rendah. Proses penyulingan uap mengikuti hukum Dalton yang menyatakan bahwa jika dua atau lebih gas atau uap yang tidak bereaksi satu dengan lainnya dicampur pada suhu tetap, setiap gas akan menghasilkan tekanan yang sama seperti jika gas itu terdapat sendirian dan jumlah tekanan itu sama dengan tekanan jumlah sistem ini. Kondisi ini berlaku untuk dua atau lebih senyawa yang tidak bercampur satu sama lain dan memiliki titik didih yang berlainan.

Pada kondisi ini titik didih sistem adalah suhu dimana jumlah tekanan uapnya sama dengan tekanan atmosfer. Artinya, suhu titik didih akan lebih rendah daripada titik didih senyawa yang paling mudah menguap. Pada penelitian ini salah satu campuran yang digunakan adalah air yang memiliki titik didih lebih rendah dari fraksi hasil pemekatan. Titik didih campuran akan lebih rendah daripada titik didih air pada suhu normal. Keberlakuan hukum ini dalam proses penyulingan uap sangat menguntungkan, karena dapat mengurangi kemungkinan rusaknya bahan akibat kontak dengan panas. Hasil penyulingan uap campuran bahan hasil pemekatan dan air dapat dilihat pada Gambar 4. Hasil analisis statistik (data tidak disajikan) menunjukkan bahwa antar perlakuan lama penyulingan memberikan perbedaan

yang nyata terhadap persentase kadar dan konsentrasi miristisin.

Fraksi hasil pemekatan yang diperoleh, masih mengandung senyawa-senyawa ringan minyak pala yang dalam proses ini harus dikeluarkan. Penambahan garam dapur atau NaCl ke dalam sistem dimaksudkan untuk meningkatkan titik didih air karena garam hanya akan larut dalam air, sedangkan dengan minyak tidak akan larut. Dengan peningkatan titik didih air ini, maka ada kesempatan yang lebih lama lagi untuk menguapkan senyawa ringan minyak. Hasilnya akan semakin meningkatkan kadar dan konsentrasi miristisin dalam kandungan fraksi yang diperoleh.

Secara umum rendemen fraksi yang dihasilkan dipengaruhi oleh efisiensi alat, suhu pemekatan dan lama penyulingan. Tabel 3 menunjukkan rendemen residu pada proses pemurnian ini sebagai fungsi dari lama waktu penyulingan. Fraksi terbaik yang dipilih pada penelitian ini adalah residu yang memiliki kadar dan konsentrasi tertinggi, yaitu hasil pemurnian dengan lama waktu penyulingan 3 jam. Hasil analisis karakteristik fraksi tersebut disajikan pada Tabel 4.



Gambar 4. hubungan lama penyulingan dengan kadar dan konsentrasi miristisin hasil pemurnian

Bobot jenis cenderung meningkat baik dengan meningkatnya suhu pemekatan maupun dengan meningkatnya lama penyulingan. Jika suhu pemekatan semakin tinggi, kemungkinan akan terjadi polimerisasi atau dapat pula bahan mengalami

dekomposisi. Polimerisasi akan menyebabkan meningkatnya bobot jenis secara drastis. Selain itu, suhu pemekatan yang terlalu tinggi juga dapat mengakibatkan kekosongan pada bahan.

Tabel 3. Rendemen residu pada proses pemurnian

Lama Penyulingan (jam)	Rendemen (% v/v)
2	85,75 ± 0,16
2,5	84,45 ± 0,30
3	83,25 ± 0,16

Tabel 4. Hasil analisis fraksi hasil pemurnian dengan penyulingan 3 jam

Parameter	Nilai
Bobot jenis	1,0850 g/ml
Indeks bias (20°C)	1,5367
Putaran optik	-1° 21'
Kadar asam	5,43 %
Residu penguapan	0,01 %
Kelarutan dalam alkohol	1:1 sampai 1:4 larut, seterusnya larut

Indeks bias akan semakin tinggi dengan makin panjangnya rantai karbon dan jumlah ikatan rangkap. Komponen berat dalam minyak pala banyak mengandung molekul yang berantai panjang. Miristisin merupakan komponen berat minyak pala, sehingga ada kecenderungan meningkatnya indeks bias dengan semakin tingginya kadar dan konsentrasi miristisin.

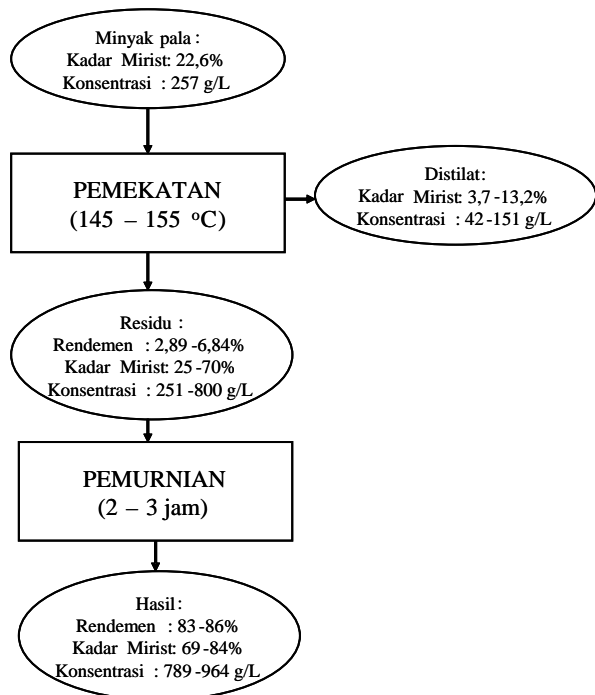
Putaran optik terjadi karena adanya atom karbon asimetris. Nilai putaran optik yang positif menunjukkan berputarnya bidang polarisasi ke kanan. Sebaliknya nilai yang negatif menunjukkan perputaran bidang polarisasi ke kiri. Data yang memperlihatkan nilai putaran optik yang negatif seperti tampak pada Tabel 6 di atas menunjukkan banyaknya senyawa dalam fraksi yang mengandung atom karbon asimetris yang memutar bidang polarisasi ke kanan.

Residu penguapan menunjukkan jumlah zat atau senyawa yang tidak dapat diuapkan. Zat-zat ini berasal dari bahan baku minyak pala yang digunakan akibat kurang baiknya mutu bahan tersebut. Kemungkinan lain dari tingginya residu penguapan ini adalah terjadinya polimerisasi bahan selama proses penyulingan berlangsung karena suhu yang cukup tinggi. Senyawa yang sudah mengalami polimerisasi akan sulit, bahkan tidak dapat menguap.

Kelarutan dalam alkohol yang sempurna pada residu menunjukkan adanya kesamaan polaritas antara bahan dengan alkohol. Kadar asam suatu bahan menunjukkan asam bebas yang terdapat

dalam bahan itu. Semakin banyak asam bebas dalam bahan, semakin tinggi pula kadar asamnya.

Sebagai ikhtisar dari pembahasan tersebut di atas, pada gambar 5 disajikan neraca masa proses isolasi miristisin dan pada Tabel 5 disajikan karakteristik minyak pala dibandingkan dengan hasil pemekatan dan hasil pemurnian miristisin.



Gambar 5. Neraca masa isolasi miristisin dari minyak pala

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Isolasi miristisin dari minyak pala dilakukan dengan menggunakan metode penyulingan uap. Prinsip dari metode ini adalah berdasarkan perbedaan titik didih. Variabel yang berpengaruh terhadap rendemen, kadar dan konsentrasi miristisin yang dihasilkan teridentifikasi adalah suhu pemekatan dan lama penyulingan. Isolasi miristisin melalui tahapan

pemekatan minyak pada suhu 145°C dan tekanan 15 mmHg menghasilkan rendemen 6,72 % dengan kadar miristisin 70,10 % dan konsentrasi 786,99 g/l. Pemurnian lebih lanjut dengan cara penyulingan selama 3 jam pada tekanan normal memberikan rendemen 83,25 ± 0,16% dengan kadar miristisin mencapai 84,44 % dan konsentrasi 916,25 g/l. Residu yang diperoleh memiliki bobot jenis 1,0850 g/ml, indeks bias 1,5367, putaran optik -1°21' dan kadar asam 7,97 %. Uji kelarutan alkohol menunjukkan 1:1 sampai 1:4 larut dan seterusnya larut, sedangkan residu penguapan 135,91 mg/l.

Saran

Untuk perbandingan hasil yang diperoleh, perlu dilakukan proses isolasi miristisin dengan metode lain seperti *fraksional distillation* atau kromatografi kolom. Di samping itu, metode lain yang perlu dipertimbangkan sebagai alternatif pemurnian adalah penggunaan membran yang mampu menahan komponen miristisin tetapi melewatkan komponen lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

Coulson, J.M dan J.F Richardson. 1968. Chemical Engineering Vol. Two. Unit Operations. 2nd Edition. Pergamon Press, London.

Geankoplis, E. 1983. Transport Process and Unit Operations Second Edition. Allyn Bacon, Inc, Boston.

Guenther, E. 1952. The Essential Oil Vol II, III, dan V. Van Nostrand Reinhold Company, New York.

Padmawinata, K. dan I. Soediro. 1987. Metode Fitokimia: Penentuan Cara Modern Menganalisa Tumbuhan. *Terjemahan*. Penerbit ITB, Bandung

Sudjadi. 1988. Metode Pemisahan. Penerbit Kanisius, Yogyakarta.

Wallis, T.E. 1960. Text Book of Pharmacognosy. J & A Churchill Ltd, London.