

E. Agustian, A. Sulaswatty, Tasrif, J. A. Laksmono
dan I. B. Adilina

PEMISAHAN SITRONELAL DARI MINYAK SEREH WANGI MENGUNAKAN UNIT FRAKSIONASI SKALA BENCH

Egi Agustian, Anny Sulaswatty, Tasrif, Joddy Arya Laksmono dan Indri Badria Adilina

Grup Riset Teknologi Proses dan Sintesa Minyak Atsiri
Pusat Penelitian Kimia – Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI)
Kawasan PUSPIPEK Serpong, Tangerang 15314
Telp.021 – 7560929 Fax. 021 – 7560549
E-mail: egiagustian@yahoo.com

ABSTRACT

Isolation of citronellal from citronella oil has been studied by using bench scale (2-6 L) fractionation unit. The column used has packed with 120 stages and equipped with a reflux unit. The separation processes were based on temperature, the variation of vacuum pressure 40, 60, 80 mmHg and reflux ratio 10:10, 20:10, 30:10. The optimum condition was obtained at reflux ratio 20:10 and vacuum pressure 60 mmHg with yield of 41.33%. Chromatography analysis showed that isolate has citronellal content about 96.103%.

Keyword: *citronella oil, citronellal, fractionation*

PENDAHULUAN

Industri minyak atsiri di Indonesia sebagian besar masih merupakan industri hulu yang baru mampu menyediakan minyak atsiri kasar yang langsung diekspor, sedangkan industri hilirnya yang berupa industri kosmetika, *flavor* dan *fragrans* sudah berkembang dan menggunakan bahan-bahan impor. Sampai saat ini yang belum berkembang justru industri-industri antara, yaitu industri yang menghasilkan barang setengah jadi yang diperlukan industri hilir. Sampai saat ini minyak serih wangi masih merupakan komoditi ekspor utama diantara berbagai jenis minyak atsiri, minyak serih wangi adalah minyak atsiri yang diperoleh melalui distilasi uap daun serih wangi (*Andropogon Nardus*). Menurut Guenther (1950) komposisi minyak serih wangi terdiri atas : macam-macam terpen (fraksi dengan titik didih rendah), sitronelal, campuran sitronelol dan geraniol (rhodinol), macam-macam ester, alkohol, sesquiterpen serta sesquiterpen alkohol.

Penelitian ini menitik beratkan pada pemisahan sitronelal dari minyak serih wangi secara fisika, dikarenakan sitronelal merupakan bahan dasar sintesis pembuatan *fragrans* seperti sitronelol, isopulegol, mentol dan ester-ester lainnya yang mempunyai bau dan wangi yang khas. Sitronelal mempunyai rumus molekul $C_{10}H_{18}O$, berat molekul 154.25, titik didih 204-208 °C dan tidak berwarna. Menurut De Simon, *et al.* (1977), campuran sitronelal dan sitronelol dapat dipisahkan dengan cara fraksionasi karena campuran tersebut mempunyai perbedaan titik didih sekitar 25°C, kondisi operasi dipakai suhu 86°C pada tekanan 1 mmHg dengan yield 130,5 g dari berat minyak serih wangi, hasil yang didapat 94%

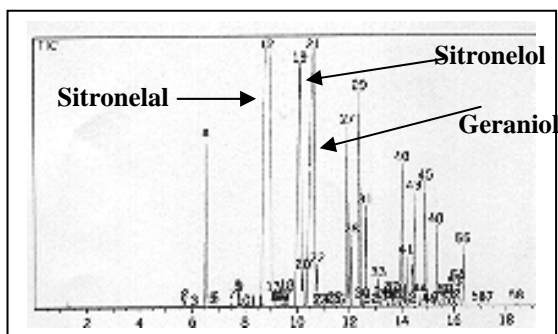
sitronelal, 4% geraniol/nerol, 1,2% dimetil oktanol, 0,2% sitronelol dan 0,4% komponen bertitik didih rendah.

Distilasi bertingkat atau distilasi fraksionasi berguna untuk memisahkan komponen utama berdasarkan perbedaan titik didih. Minyak atsiri umumnya tidak disuling pada tekanan atmosfer tetapi dalam keadaan vakum, karena pada tekanan atmosfer dan suhu tinggi dapat menyebabkan dekomposisi. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pemisahan komponen minyak serih wangi khususnya pemisahan sitronelal dan mencari kondisi optimum distilasi fraksionasi skala bench.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Minyak serih wangi yang digunakan berasal dari penyulingan rakyat daerah Gunung-Halu Cililin Jawa Barat. Minyak serih wangi tersebut mempunyai karakteristik seperti terlihat pada Tabel 1, selain itu dianalisa komponen utama minyak serih wangi menggunakan GC-MS sebesar 32,15% sitronelal, 12,95% sitronelol dan 20,54% geraniol (Gambar 1). Bahan lain yang digunakan adalah ethanol 90%, toluena, heksana, asam sulfat, kalium permanganat, kalium iodida, natrium tiosulfat, asam oksalat, asam borak, indikator PP 10%, dan indikator *methyl red* 1% (E.merck). Bahan-bahan tersebut digunakan untuk analisa sifat-sifat fisika kimia yang mencakup, indeks bias, berat jenis, warna, viskosimeter ostwald, bilangan asam, bilangan ester dan kelarutan dalam alkohol.



Gambar 1. Kromatogram Minyak Sereh Wangi Asal Gunung Halu Cililin

Peralatan utama yang digunakan mencakup satu unit distilasi fraksinasi vakum dengan kolom packed (PiloDist104) yang setara dengan 120 stage (Gambar 2). Alat ini memiliki unit refluks (satu detik) dan labu umpan sebesar 2-6 liter.

Selain itu dianalisa pula kandungan/komposisi kimia dalam bahan baku dan fraksi-fraksi serta residunya dengan menggunakan Gas Chromatography Mass Spectrometry (GCMS) dengan detektor FID (*Flame Ionization Detector*) dan kolom DB.17-30 m dan diameter 0,25 m sedangkan Gas Chromatography (GC) menggunakan kolom kapiler AT 35-30 m dan diameter 0,25m

Tabel 1. Karakteristik minyak sereh wangi dan syarat mutu SNI

No	Parameter	Minyak Sereh Wangi	SNI 06-3953-1995
1	Bobot jenis 20°C (gr/cm ³)	0.8826	0,880 – 0,922
2	Viskositas (cP)	9.01	-
3	Indeks bias (20°C)	1.4664	1,466 – 1,475
4	Bilangan ester	31,01	-
5	Total geraniol (%)	-	Min 85
6	Sitronelal (%)	-	Min 35
7	Bilangan asam	1,13	-
8	Putaran optik	-1.275	-
9	Warna	Kuning pucat	Kuning pucat - kuning kecoklatan
10	Kelarutan dalam alkohol 95%	1:1 jernih dst	1:2 jernih dan seterusnya
11	Minyak lemak	negatif	Negatif
12	Minyak kruing	negatif	Negatif

Pelaksanaan Penelitian

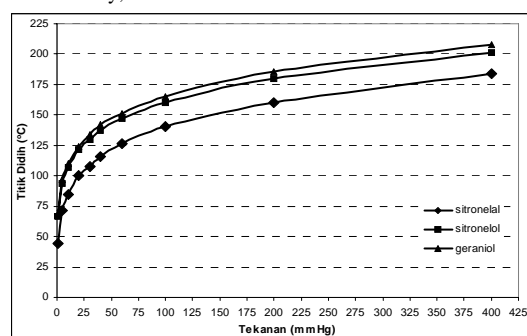
Penelitian ini menggunakan umpan minyak sereh wangi sebanyak 1500 ml. Dalam pemilihan kondisi operasi yang digunakan dengan cara pendekatan tekanan uap terhadap titik didih (kisaran suhu) komponen utama minyak sereh wangi yang diinginkan Untuk menentukan kisaran suhu tersebut,

diperlukan data titik didih dan tekanan uap komponen utama yang akan dipisahkan (Tabel 2). Komponen utama minyak sereh wangi yaitu sitronelal, sitronelol dan geraniol berada di distilat (fraksi ringan).

Tabel 2. Data berbagai tekanan dan titik didih komponen utama minyak sereh wangi

Tekanan		Titik Didih (°C)		
mmHg	mbar	Sitronelal	Sitronelol	Geraniol
1	1.3332	44	66.4	69.2
5	6.6661	71.4	93.6	96.8
10	13.332	84.8	107	110
20	26.664	99.8	121.5	123.6
30	39.997	107.95	129.35	133.7
40	53.329	116.1	137.2	141.8
60	79.993	126.2	147.2	151.5
100	133.32	140.1	159.8	165.3
200	266.64	160	179.8	185.6
400	533.29	183.8	201	207.8
760	1013.2	206.5	221.5	230

Sumber: Perry, 1994



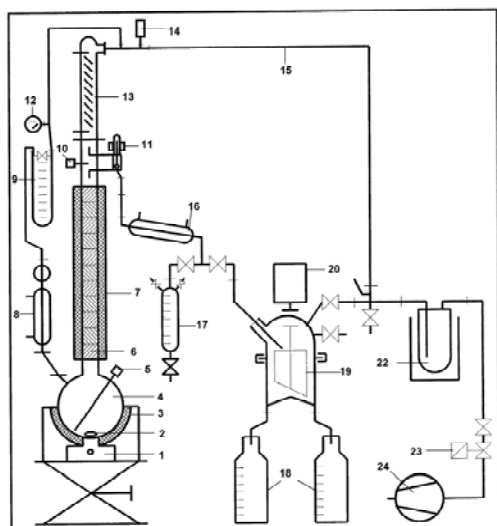
Gambar 3. Hubungan antara tekanan terhadap titik didih komponen utama minyak sereh wangi.

Dari gambar 3 diatas, pendekatan secara teoritis dalam pengambilan kondisi operasi dengan cara menplotkan hubungan tekanan uap dengan suhu komponen utama minyak sereh wangi. Jika kondisi operasi menggunakan tekanan 60 mmHg maka perkiraan titik didih sitronelal, sitronelol dan geraniol sekitar 125 – 150°C.

Tabel 3. Pendekatan volume menurut hasil GC-MS

Fraksi	Kode	Volume Teoritical	
		(%)	(ml)
Td < Sitronelal	F ₁	4.52	6.78
Sitronellal	F ₂	32.15	48.23
Td > Citronelal	F ₃	63.33	94.99

Ket : Td = Titik Didih (°C); Bahan baku = 150 ml



- Keterangan :
1. Motor pengaduk
 2. Batang pengaduk magnet
 3. Jacket pemanas
 4. Labu umpan
 5. Termokopel umpan
 6. Kolom distilasi
 7. Jacket pemanas kolom
 8. Pendingin
 9. Alat pengukur selisih tekanan
 10. Termokopel puncak
 11. Unit refluks
 12. Manometer
 13. Kondenser
 14. Sensor vakum
 15. Selang vakum
 16. Pendingin distilat
 17. Botol penampung
 18. Penampung fraksi
 19. Pembagi fraksi
 20. Motor pembagi
 21. Panel kontrol
 22. Tabung Trap
 23. Kran pengontrol vakum
 24. Pompa vakum
 25. Rangka aluminium

Gambar 2. Unit Alat Distilasi Fraksionasi Skala Bench

Menurut Kadarohman, *et al.*, 2004 bahwa umpan masuk sebesar 150 ml dengan pendekatan menurut kuantitatif hasil analisa GC-MS bahwa distilat yang bertitik didih lebih kecil dari sitronelal atau fraksi satu akan ditampung sebanyak 6,78 ml (4,52%), sedangkan sitronelal atau fraksi dua akan ditampung sebanyak 48,23 ml (32,15%) dan fraksi tiga yang titik didih diatas sitronelal akan ditampung sebanyak 94,99 ml (63,33%).

Rancangan percobaan yang diambil dengan bervariasi refluks rasio 10:10; 20:10;30:10 dan tekanan 40, 60, 80 mmHg serta volume distilat. Parameter yang diamati T_{labu} , T_{puncak} dan waktu proses dengan umpan minyak serih 1500 ml.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam Penelitian ini dilakukan proses penyulingan vakum terfraksi menggunakan unit distilasi fraksionasi vakum skala bench. Hasil optimum fraksionasi minyak serih wangi yang didapat pada tekanan 60 mmHg, rasio refluks 20:10.

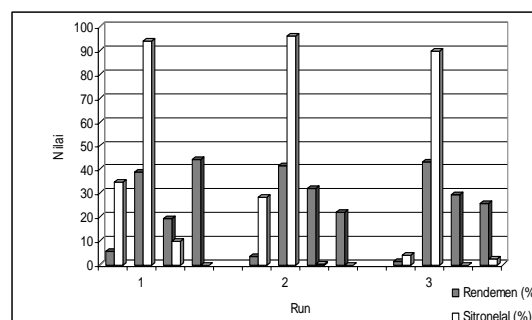
Tabel 4. Hasil Distilasi Fraksionasi pada Kondisi Optimum

Fraksi	T_{puncak} (°C)	T_{labu} (°C)	Yield (%) (v)	Waktu (min)
DF 2.1	35.2 – 112.5	95.8 – 126.2	3.67	45
DF 2.2	112.5 – 122.5	126.2 – 151.0	41.33	158
DF 2.3	122.5 – 144.9	151.0 – 173.7	32.23	600
RS 2			22	
Loss			0,67	

Ket : DF 2.1= distilasi fraksionasi run 2 fraksi 1
RS 2 = residu run 2

Proses distilasi fraksionasi minyak serih, peubah yang pertama dilakukan dengan bervariasi jumlah volume distilat. Volume distilat ini

merujuk dari hasil GCMS bahan baku. Hasil yang terbaik diperoleh dengan volume pada fraksi I,II dan III berturut-turut adalah 3.67%, 41.33% dan 32.23% ml, dari ketiga fraksi tersebut fraksi II mempunyai kemurnian sitronelal yang tinggi



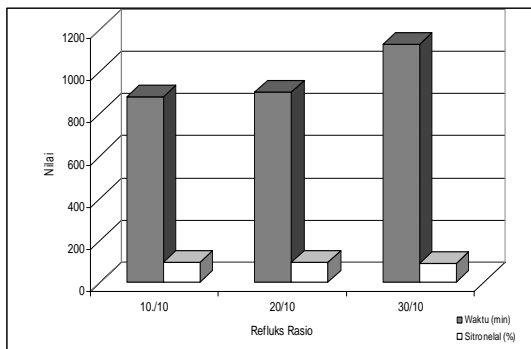
Gambar 4. Histogram hubungan antara run terhadap rendemen dan kemurnian sitronelal

Gambar 4 diperlihatkan pada run 3, semakin banyak volume distilat yang ditampung kemurnian sitronelal juga semakin rendah. Hal ini disebabkan komponen limonen dan komponen yang mempunyai titik didih dibawah titik didih sitronelal yang diharapkan ada di fraksi I terbawa ke fraksi II karena jumlah volume distilat yang ditampung pada fraksi I terlalu sedikit yang mengakibatkan kandungan sitronelal di fraksi II menjadi rendah. Dari ketiga run tersebut, kondisi run 2 merupakan kondisi yang terbaik yang diperoleh rendemen fraksi II sebesar 41.33% dengan kandungan sitronelal sebesar 96.1030%.

Salah satu metoda untuk meningkatkan efisiensi proses pemisahan adalah dengan menggunakan teknik refluks, yaitu sebagian produk

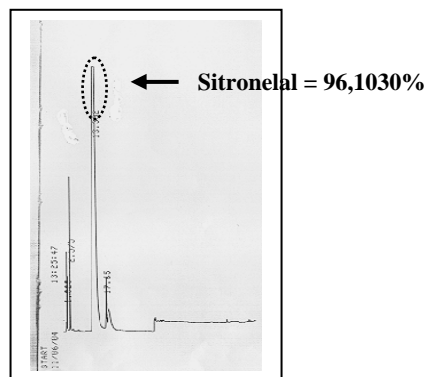
dikembalikan ke sistem untuk pindah bahan dari fasa cair ke fasa uap.

Pada proses selanjutnya dilakukan dengan bervariasi rasio refluks dimana titik didih, tekanan dan volume distilat sama sesuai dengan rancangan percobaan. Kondisi yang digunakan adalah kondisi operasi yang optimum pada volume distilat yang ditampung.

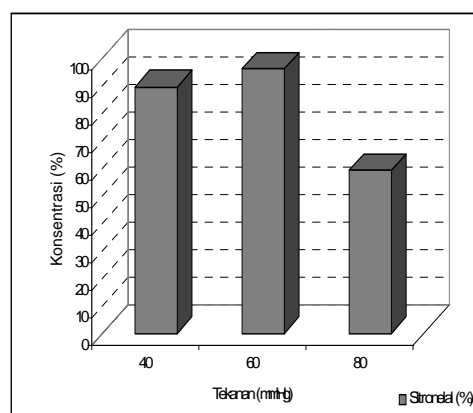


Gambar 5. Histogram kemurnian sitronelal dan waktu total proses hasil distilasi fraksionasi berbagai rasio refluks minyak sereh wangi.

Pada penelitian ini diperoleh kemurnian sitronelal pada rasio refluks 20:10 meningkat dibandingkan rasio 10:10 yaitu dari 95,9458% ke 96,1030%. Namun pada rasio 30:10 ternyata mengalami penurunan selektifitas dan sitronelal yang diperoleh hanya mencapai 89,5031%. Kemungkinan pada rasio refluks 30/10 ini disebabkan sewaktu distilat dikembalikan ke kolom akan terjadi kontak antara uap dan cairan yang terlalu lama sehingga memungkinkan beberapa komponen terdegradasi menjadi komponen lain.



Gambar 6. Kromatogram Hasil Distilasi Fraksionasi Run 2 pada Fraksi 2



Gambar 7. Histogram kemurnian sitronelal dan waktu total proses hasil distilasi fraksionasi berbagai rasio refluks minyak sereh wangi.

Tabel 5. Hasil Analisa Distilasi Fraksionasi Untuk Komponen Utama Minyak Sereh

No	Parameter Analisis	DF.2.1	DF.2.2	DF.2.3	RS.2
I Sifat Fisik					
1.	Berat Jenis 15°C (gr/cm ³)	0.8621	0.8515	0.8721	0.9234
2.	Indeks bias (20°C)	1.4617	1.4481	1.4668	1.4879
3.	Putaran optik (°)	- 11.873	+ 0.852	+ 0.097	- 0.024
4.	Warna (Lovibond-tintometer) (M=merah, K=kuning, B=biru)	M=0 K=0 B=0	M=0 K=0.1 B=0	M=0 K=0 B=0	M= 4 K=10 B=2
II Sifat Kimia					
1.	Kelarutan dlm alkohol 95%	1:1 larut,	1:1 larut,	1:1 larut,	1:1 larut,
III Komposisi (GC)					
1.	Sitronelal (%)	28.223	96.103	0.3128	0
2.	Sitronelol (%)	0	0	32.8573	0.4695
3.	Geraniol (%)	0.9589	0	47.8834	24.2055

Pada gambar 7 dimana tekanan 40 mmHg didapat kemurnian sitronelal sebesar 89,5031% lebih kecil di bandingkan dengan tekanan pada 60 mmHg. Hal ini disebabkan adanya pergeseran titik didih komponen sitronelal dan komponen ringan yang bertitik didih rendah karena tekanan vakum yang lebih tinggi sehingga sebagaimana komponen sitronelal ada yang masuk ke *trap* dan pompa. Selain itu pada tekanan 40 mmHg waktu proses semakin cepat yang mengakibatkan pengayaan komponen sitronelal dengan cara rasio refluks kurang optimal.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Sitronelal merupakan komponen utama dari minyak sereh wangi yang dapat dipisahkan menggunakan distilasi fraksionasi vakum. Perubahan volume distilat, tekanan dan rasio refluks pada distilasi fraksionasi sangat berpengaruh besar terhadap kemurnian sitronelal, sehingga diperoleh kondisi optimum pada tekanan 60 mmHg, rasio refluks 20 :10, dan jumlah distilat yang ditampung sebanyak 620 ml dengan suhu puncak 112,5 – 122,5 °C dan suhu labu 126,2 – 151,0 °C. Konsentrasi sitronelal tertinggi diperoleh sebesar 96,103 %, dengan rendemen 41,33 %.

Saran

- Perlu dicobakan pada skala yang lebih besar.
- Perlu dilakukan proses fraksionasi dengan alat lain sebagai perbandingan terhadap teknik ini.

- Sudah saatnya teknologi ini dapat dikembangkan dan dipakai di Indonesia sebagai usaha untuk meningkatkan nilai tambah minyak sereh

Ucapan Terimakasih

Penelitian ini terlaksana atas bantuan dana Pemerintahan Republik Indonesia melalui proyek DIP Tahun Anggaran 2004/2005 Pusat Penelitian Kimia - LIPI. Penulis berterimakasih kepada Dr. Asep Kadaroman, dosen Universitas Pendidikan Indonesia atas dukungan yang telah diberikan.

DAFTAR PUSTAKA

- Asep Kadarohman, Egi Agustian dan Anny Sulaswatty,(2004).,"Fractionation of Citronellal From Citronella Oil Using Vacuum Distillation Technique", Seminar Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia 2004",Surabaya.
- De Simon, et al. 14 juni 1977., United States Patent 4,029,709
- Guenther, E., (1998), "Minyak Atsiri", UI Press.
- Haznan Abimanyu, Anny Sulaswatty, Wuryaningsih dan Egi Agustian., (2003), "Teknologi Distilasi Terfraksi Dalam Pemurnian Komponen Minyak Atsiri", Prosiding Pemaparan Hasil Litbang Ilmu Pengetahuan Teknik 2003, Bandung.
- Hardjono., (2002), Kimia Minyak Atsiri, FMIPA, UGM, Yogyakarta.
- Perry, R.H & D. Green. (1994). Perry's Chemical Engineering Handbook. Mc Graw-Hill Company, New York.