

SENYAWA PENYUSUN EKSTRAK FLAVOR DAUN SALAM (*Eugenia polyantha* Wight) HASIL DISTILASI UAP MENGGUNAKAN PELARUT N-HEKSANA DAN TANPA N-HEKSANA

Ni Made Wartini

Jurusan Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Udayana

ABSTRACT

The aim of research is to determine the composition of flavour extracts of *salam* leaf obtained from steam distillation method using n-hexane and no n-hexane. Fresh *salam* leaves were cut and extracted using steam distillation methods and the flavour extract was drying by adding MgSO₄ anhydrate. The flavour extracts were analyzed by employing gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS).

The research results indicated as the following: 1) the flavour extracts obtained by steam distillation without n-hexane, contained 27 compounds. The main compounds were *cis*-4-decenal (27.12%), octanal (11.98%), α -pinene (9.09%), farnesol (8.84%), β -ocimene (7.62%) and nonanal (7.60%), 2) the flavour extracts yielded from steam distillation using n-hexane, contained 26 compounds. The main compounds are *cis*-4-decenal (18.74%), octanal (6.97%), α -pinene (9.09%), farnesol (16.95%), nerolidol (4.09%) and decanal (3.14%).

Keywords: salam leaf, Eugenia polyantha Wight., steam distillation, flavour extract, n-hexane.

PENDAHULUAN

Daun salam merupakan salah satu bahan pemberi flavor untuk makanan, diperoleh dari tanaman *Eugenia polyantha* Wight. Tanaman ini merupakan tanaman asli Asia Tenggara dan ditemukan di Burma, Malaysia dan Indonesia serta sangat sulit ditemukan di negara Barat, kecuali di Suriname yang banyak terdapat orang Indonesia. Daun salam biasanya digunakan dalam bentuk segar maupun kering dalam masakan Indonesia terutama di Sumatra, Jawa dan paling banyak di Bali (Katzer, 2004).

Saat ini konsumen cenderung memilih bahan alami dalam produk makanan, termasuk didalamnya senyawa flavor. Dalam praktek, untuk keperluan memasak makanan, biasanya digunakan bahan-bahan segar, baik berupa bagian batang, daun atau akar, untuk mendapatkan flavor alami pada masakan. Namun penggunaan bahan segar sebagai penghasil flavor mempunyai keterbatasan yaitu tidak praktis, masa simpan singkat dan sulit dalam distribusinya. Oleh karena itu perlu dilakukan proses separasi untuk mengambil senyawa flavor dari bahan asalnya sehingga keterbatasan tersebut di atas dapat diatasi. Ekstrak flavor yang dihasilkan dari proses

separasi biasanya berbentuk cair dan dapat diproses lebih lanjut menjadi bentuk padat.

Ekstrak flavor daun salam dapat diperoleh dengan beberapa metode separasi diantaranya distilasi uap. Ekstrak flavor yang dihasilkan berbentuk cair, berwarna kuning muda dan mempunyai aroma daun salam yang sangat kuat (Wartini *et al.*, 2008; 2009).

Distilasi dapat didefinisikan sebagai metode separasi yang didasarkan pada perbedaan komposisi antara campuran cairan dan uap yang terbentuk. Perbedaan komposisi menyebabkan perbedaan tekanan uap efektif atau volatilitas senyawa dalam cairan (Sastrohamidjojo, 2004; Fair, 1987). Guenther (1987) dan Ojha (1995) menyatakan distilasi adalah pemisahan senyawa-senyawa suatu campuran dari dua jenis cairan atau lebih berdasarkan perbedaan tekanan uap dari masing-masing zat tersebut. Distilasi dapat dilakukan jika titik didih senyawa-senyawa dalam campuran memiliki perbedaan yang berarti (Sattler dan Feindt, 1995). Titik didih adalah temperatur pada saat cairan berubah menjadi uap pada tekanan atmosfer atau temperatur pada saat tekanan uap dari cairan tersebut sama dengan tekanan gas atau uap yang berada di sekitarnya.

Proses separasi senyawa flavor dari bahan tanaman dengan metode distilasi uap dapat dilakukan dengan menggunakan pelarut maupun tanpa pelarut. Penggunaan pelarut diperlukan apabila kadar senyawa flavor yang terkandung dalam bahan tersebut relatif sangat kecil, sehingga senyawa flavor membentuk emulsi dengan air. Pelarut digunakan dalam ekstraksi cair-cair dan senyawa flavor akan terlarut dalam pelarut yang digunakan. Salah satu pelarut yang sering digunakan dalam separasi senyawa flavor adalah n-heksana (Furniss *et al.*, 1980).

Tujuan penelitian ini adalah untuk menentukan komposisi senyawa dalam ekstrak flavor daun salam yang dihasilkan dengan metode distilasi uap dengan menggunakan pelarut n-heksana dan tanpa pelarut n-heksana.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian adalah daun salam segar dari tanaman *Eugenia polyantha* Wight dengan kriteria tertentu yaitu warna hijau (tingkat warna hijau tertentu), panjang 9 – 12 cm,

Senyawa Penyusun Ekstrak Flavor Daun Salam (*Eugenia polyantha* Wight) Hasil Distilasi Uap Menggunakan Pelarut N-Heksana dan tanpa N-Heksana

lebar 4 – 6 cm, yang diperoleh di Balai Informasi Tanaman Obat “Materia Medica” di Batu.

Bahan lain yang digunakan dalam penelitian yaitu akuades, pelarut n-heksana, MgSO₄·7H₂O (pa E. Merck), NaCl (pa E. Merck), gas nitrogen. Pelarut n-heksana yang digunakan dalam proses separasi adalah pelarut teknis. Untuk mengurangi *impurities*, maka pelarut tersebut didistilasi dan distilat yang diambil sebanyak ¾ bagian dari total pelarut. Titik didih pelarut n-heksana adalah 65°C.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian yaitu alat distilasi uap, botol sampel, aluminium foil dan peralatan untuk analisis yaitu kromatografi gas-spektrometri massa (GCMS-QP2010 Shimadzu), timbangan (Mettler AT 200), corong pisah, *rotary evaporator* pengurangan tekanan (Buchi Switzerland B-169), kertas Whatman No.1 serta alat-alat gelas yang lain.

Pelaksanaan Percobaan Persiapan bahan baku

Daun salam dipanen dengan memotong dahan pohonnya, dipisahkan dari tangkainya, disortasi sesuai dengan kriteria bahan baku yang telah ditentukan, selanjutnya dicuci dengan air bersih, ditiriskan dan dikeringkan dengan kain bersih.

Distilasi uap menggunakan pelarut

Ditimbang sebanyak 100 g daun salam segar yang telah diiris, dimasukkan dalam labu distilasi dan uap air dialirkan dari ketel uap pada tekanan atmosfer. Selanjutnya didistilasi selama 2 jam pada tekanan atmosfer. Distilat yang dihasilkan diekstrak cair-cair dengan pelarut n-heksana dengan perbandingan 1 : 2 (pelarut : distilat). Tiap 100 ml distilat diekstraksi dengan 2 x 25 ml pelarut dalam corong pisah dan ditambahkan 1 ml larutan NaCl 5 N kemudian dikocok dan didiamkan sampai terbentuk dua lapisan yaitu fraksi organik (lapisan atas) dan fraksi air (lapisan bawah). Fraksi organik dipisahkan, ditambah MgSO₄ anhidrat untuk menyerap air yang tersisa sebanyak 1% (b/v) dan disaring sehingga diperoleh filtrat. Filtrat dipekatkan dengan menggunakan *rotary evaporator* pengurangan tekanan dan dialiri gas nitrogen sampai berat konstan.

Distilasi tanpa menggunakan pelarut

Daun salam segar sebanyak 2 kg diris dimasukkan dalam bejana distilasi selanjutnya distilasi dilakukan selama 2 jam. Distilat ditampung dalam corong pisah dan ekstrak flavor dipisahkan dari air distilat. Sisa air dalam ekstrak flavor dihilangkan dengan MgSO₄ anhidrat.

Pengamatan

Ekstrak flavor daun salam yang dihasilkan dianalisis senyawa penyusunnya dengan kromatografi gas-spektrometri masa/GC-MS (Shimadzu GC-17A,MS QP-5000), kolom CP Sil 5 CB (dimetil polisiloksan),

panjang 30 meter, Suhu kolom: awal 60°C, akhir 250°C, kenaikan 10°C/menit, suhu injector 270°C, suhu detector 280°C, gas pembawa helium (He), jenis pengion EI (*Electron Impact*), energi ionisasi 70 eV, volume sampel yang diinjeksikan 0.1 µl.

Analisis data

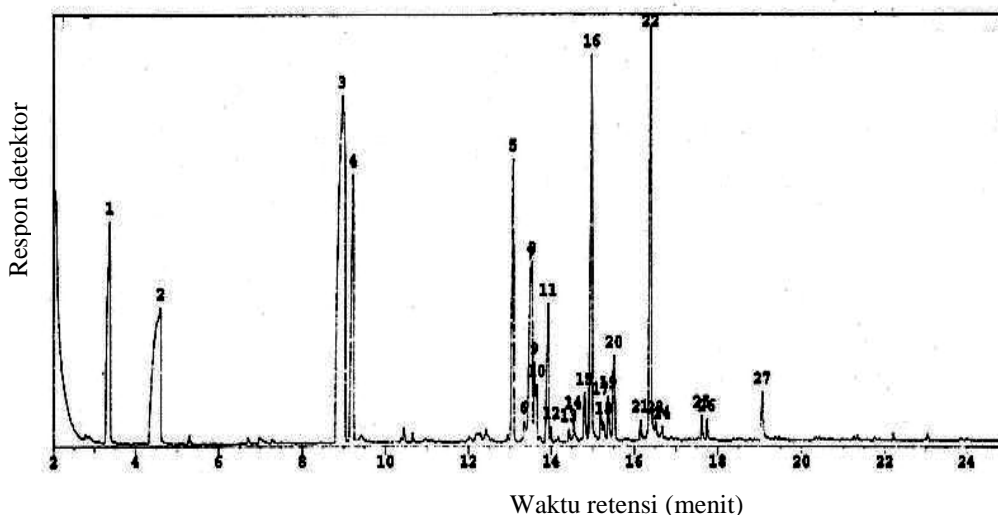
Hasil identifikasi dan komposisi senyawa dalam ekstrak dianalisis secara deskriptif. Identifikasi senyawa ekstrak flavor didasarkan atas hasil spektrum masa dari analisis dengan GC-MS, yang dibandingkan dengan spektrum massa senyawa standar dari suatu bank data (*National Institute Standard of Technology = NIST dan WILEY*).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses separasi ekstrak flavor yang tidak menggunakan pelarut dilakukan untuk mengetahui efektivitas pelarut dalam mengekstrak senyawa flavor daun salam. Kromatogram senyawa ekstrak flavor daun salam yang dihasilkan dengan metode distilasi uap tanpa menggunakan pelarut dan menggunakan pelarut n-heksana (Gambar 1 dan 2) menunjukkan 27 dan 26 senyawa dan hasil identifikasinya (Tabel 1 dan 2) menunjukkan bahwa senyawa utama penyusunnya adalah *cis*-4-dekenal, oktanal, nonanal, β -osimen, farnesol dan α -pinen, nerolidol dan dekanal.

Persentase relatif senyawa penyusun ekstrak flavor daun salam yang dihasilkan dengan menggunakan pelarut dan tidak menggunakan pelarut (Tabel 3) menunjukkan bahwa terdapat perbedaan pada persentase relatif senyawa aldehid, monoterpen dan seskuiterpen. Ekstrak flavor daun salam yang dihasilkan dengan metode distilasi uap tanpa menggunakan pelarut mengandung senyawa aldehid (*cis*-4-dekenal, oktanal, nonanal) lebih tinggi dibanding yang menggunakan pelarut n-heksana. Selama proses ekstraksi cair-cair menggunakan pelarut n-heksana, kemungkinan senyawa aldehid menguap atau mengalami kerusakan akibat oksidasi. Senyawa aldehid sangat mudah teroksidasi menjadi asam karboksilat melalui reaksi auto-oksidasi dengan udara (Fessenden dan Fessenden, 1986; Riawan, 1990).

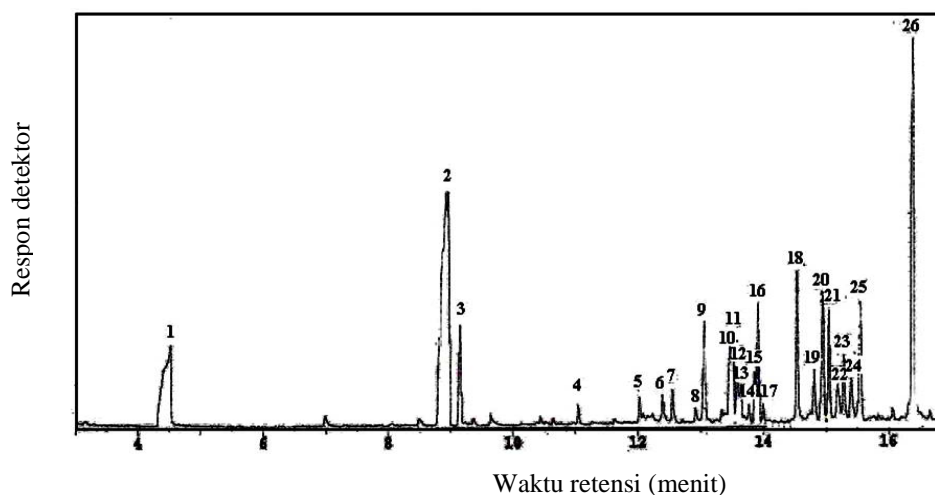
Persentase relatif senyawa monoterpen dan seskuiterpen hidrokarbon dalam ekstrak flavor yang dihasilkan dengan metode distilasi uap menggunakan pelarut (1.17% dan 16.81%) lebih rendah dibandingkan dengan ekstrak flavor yang dihasilkan dari metode distilasi tanpa menggunakan pelarut (16.71% dan 18.17%). Hal sebaliknya terjadi pada persentase relatif monoterpen dan seskuiterpen teroksidasi. Tingginya persentase relatif monoterpen dan seskuiterpen teroksidasi dalam ekstrak flavor yang dihasilkan dari metode distilasi uap menggunakan pelarut terjadi akibat terjadinya hidrasi dan oksidasi senyawa monoterpen dan seskuiterpen hidrokarbon menjadi bentuk teroksidasinya dan derajat



Kondisi operasional GC:

Jenis kolom : CP sil 5 CB (dimetil polisiloksan)
 Temperatur kolom : 60 – 250°C ((kenaikan 10°C/menit)
 Temperatur detektor : 270°C
 Temperatur injektor : 280°C
 Gas pembawa : Helium

Gambar 1. Kromatogram senyawa ekstrak flavor daun salam hasil distilasi uap tanpa menggunakan pelarut.



Kondisi operasional GC:

Jenis kolom : CP sil 5 CB (dimetil polisiloksan)
 Temperatur kolom : 60 – 250°C ((kenaikan 10°C/menit)
 Temperatur detektor : 270°C
 Temperatur injektor : 280°C
 Gas pembawa : Helium

Gambar 2. Kromatogram ekstrak flavor daun salam dari metode distilasi uap menggunakan pelarut.

kelarutannya dalam pelarut n-heksana yang relatif lebih tinggi dibanding senyawa monoterpen dan seskuiterpen hidrokarbon. Senyawa monoterpen hidrokarbon seperti osimen dan mirsen dapat mengalami perubahan menjadi senyawa monoterpen alkohol seperti geraniol (Guenther, 1990). Hasil ini sesuai dengan hasil penelitian Ozek *et al.*, (2006) yang menggunakan metode distilasi Clavenger (tidak menggunakan pelarut) dan metode

mikrodistilasi menggunakan pelarut n-heksana pada isolasi minyak atsiri *Xanthogalum purpurascens* Lallemand. Minyak hasil metode distilasi Clavenger mempunyai kandungan monoterpen hidrokarbon (68.97%) lebih tinggi dibanding hasil dari metode mikrodistilasi (57.47%), tetapi kandungan monoterpen teroksidasi lebih rendah (3.08%) dibanding metode mikrodistilasi (4.42%).

Senyawa Penyusun Ekstrak Flavor Daun Salam (*Eugenia polyantha* Wight) Hasil Distilasi Uap Menggunakan Pelarut N-Heksana dan tanpa N-Heksana

Tabel 1. Komposisi ekstrak flavor daun salam yang dihasilkan dari metode distilasi uap tanpa menggunakan pelarut

No.	Waktu retensi (menit)	Senyawa	Persen relatif (% RA)
1	3.375	β -osimen	7.62
2	4.605	Oktanal	11.98
3	8.972	<i>cis</i> -4-dekenal	27.12
4	9.230	Nonanal	7.60
5	13.084	α -humulen	6.08
6	13.350	α -silan	0.52
7	13.508	Aromadendren	4.76
8	13.538	<i>trans</i> -kariofilen	2.24
9	13.597	α -kopaen	1.24
10	13.658	Patkulen	0.94
11	13.925	β -kamigren	3.13
12	14.000	Naftalen	0.20
13	14.425	Dihidrokarvil asetat	0.27
14	14.539	Nerolidol	0.39
15	14.803	Linalool	1.19
16	14.980	α -pinen	9.09
17	15.189	longipenenepoksida	0.84
18	15.267	Neral	0.38
19	15.371	Δ -kadinol	0.85
20	15.513	α -bisabolol	2.00
21	16.150	3,4-dimetil 3-heksen-2-on	0.35
22	16.394	Farnesol	8.84
23	16.510	3,7-dimetil okdien-1-ol	2,6 0.43
24	16.675	Dodekena	0.28
25	17.617	Farnesil asetat	0.37
26	17.745	2-dodekanon	0.22
27	19.068	Asam stearat	1.06

Komposisi minyak atsiri *american marigold* yang dihasilkan dengan metode distilasi uap tanpa menggunakan pelarut dan yang menggunakan pelarut n-heksana menunjukkan perbedaan persentase relatif senyawa terpen dan terpen teroksidasi. Minyak atsiri hasil distilasi uap dengan tanpa menggunakan pelarut mempunyai persentase relatif senyawa terpen dan terpen teroksidasi sebesar 48% dan 48.5%, sedangkan minyak atsiri hasil proses menggunakan pelarut, persentase relatif kedua golongan senyawa tersebut adalah 2.4% dan 92.3% (Rao *et al.*, 2006).

Senyawa β -osimen ditemukan pada ekstrak flavor daun salam yang dihasilkan dengan distilasi uap tanpa menggunakan pelarut n-heksana, tetapi tidak ditemukan pada distilasi dengan pelarut n-heksana. Kemungkinan senyawa β -osimen mengalami oksidasi menjadi senyawa golongan monoterpen teroksidasi selama proses ekstraksi cair-cair. Senyawa β -osimen merupakan senyawa yang menentukan tingkat kesukaan terhadap flavor ekstrak flavor daun salam (Wartini *et al.*, 2008).

Tabel 2. Komposisi ekstrak flavor daun salam hasil distilasi uap menggunakan pelarut

No.	Waktu retensi	Senyawa	% RA
1	4.425	oktanal	6.97
2	8.938	<i>cis</i> -4-dekenal	18.74
3	9.160	dekanal	3.14
4	11.025	3,5-dimetil oktana	0.39
5	12.022	<i>cis</i> -3-heksenil heksanoat	0.66
6	12.392	<i>tert</i> -dodekanetiol	2.05
7	12.551	2-metil dekana	0.96
8	12.920	4-penten-2-on	0.38
9	13.061	isokaryofilin	3.16
10	13.467	<i>trans</i> -karyofilin	4.29
11	13.515	α -humulen	2.06
12	13.579	β -kamigrena	1.63
13	13.650	5,10-asam undekadienoat	1.25
14	13.760	2,6 bis (1,1-dimetiletil)-4-metil fenol	0.67
15	13.857	β -mirsen	1.17
16	13.913	3,7,11-trimetil dodekatrien-3-ol	1,6,10- 3.61
17	13.993	α -kopaena	0.41
18	14.438	nerolidol	4.09
19	14.805	dihidrokarvil asetat	1.87
20	14.950	sitronelol	4.27
21	15.044	1-dodekana	2.95
22	15.177	4,6,8-trimetil-1-nonena	1.63
23	15.280	9,12,15-oktadekatrienal	1.93
24	15.398	Δ -kadinol	1.65
25	15.546	α -bisabolol	4.63
26	16.413	farnesol	16.95

KESIMPULAN

1. Ekstrak flavor daun salam yang dihasilkan dari metode distilasi uap tanpa menggunakan pelarut n-heksana mengandung 27 senyawa dengan senyawa utama terdiri dari *cis*-4-dekenal (27.12%), oktanal (11.98%), α -pinen (9.09%), farnesol (8.84%), β -osimen (7.62%) dan nonanal (7.60%).

Tabel 3. Perbedaan komposisi ekstrak flavor daun salam dari metode distilasi uap dengan pelarut n-heksana dan tanpa pelarut

Golongan	Senyawa	Persentase relatif (%)	
		Dengan pelarut	Tanpa pelarut
Aldehid	oktanal, nonanal, <i>cis</i> -4-dekenal, dekanal	28.85	46.7
Ester	<i>cis</i> -3-heksenil heksanoat, 5,10-asam undekadienoat	1.91	0.64
Monoterpen hidrokarbon	β -osimen, 3,4-dimetil-2,4,6-oktatriena, pinen	1.17	16.71
Monoterpen teroksidasi	linalool, neral, geranial, sitronelol, dihidrokarvil asetat	4.27	2.19
Seskuiterpen hidrokarbon	α -kopaen, aromadendren, α -humulen, naftalen, β -selinen, α -selinen, germakren, Δ -kadiden, α -silan, α -panasinsen, kariofilen	16.81	18.17
Seskuiterpen teroksidasi	nerolidol, kariofilen oksida, farnesil asetat, farnesol, α -bisabolol, Δ -kadinol.	23.60	12.08

2. Ekstrak flavor daun salam yang dihasilkan dari metode distilasi uap menggunakan pelarut n-heksana mengandung 26 senyawa dengan senyawa utama terdiri dari *cis*-4-dekenal (18.74%), oktanal (6.97%), α -pinen (9.09%), farnesol (16.95%), nerolidol (4.09%) dan dekanal (3.14%).

UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih yang tulus penulis sampaikan kepada Prof. Dr. Ir. Harijono, M.App.Sc., Prof. Dr. Ir. Tri Susanto, M.App.Sc., Dr. Rurini Retnowati M.Si. dan Ir. Yuniarta DEA, Ph.D atas segala bimbingannya dalam penyelesaian disertasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Fair, J.R., 1987. Distillation. Didalam Hand Book of Separation Process Technology. R.W. Rousseau (Ed.), John Wiley & Sons, New York.
- Fessenden, R.J. dan J.S. Fessenden. 1986. Organic Chemistry (3th Ed.). Penerjemah A.H. Pudjaatmaka. Erlangga, Jakarta.
- Furniss, B.S., A.J. Hannaford, V. Rogers, P.W.G. Smith dan A.R. Tatchell. 1980. Vogels Textbook of Practical Organic Chemistry (Fourth Ed.) The English Language Book Society and Longman.
- Guenther, E. 1987. The Essential Oils. Penerjemah S. Ketaren. Minyak Atsiri (Jilid I). UI-Press, Jakarta.
- Guenther, E. 1990. The Essential Oils. Penerjemah S. Ketaren dan R. Mulyono J. Minyak Atsiri (Jilid IV B). UI-Press, Jakarta.
- Katzer, G. 2004. Indonesian bay leaf (*Eugenia polyantha* Wight). Gernot Katzer's Spice Dictionary. <http://www.ang.kfunigraz.ac.at/~Katzer/engl/genericframe.html?Eugopol.html>. Diakses tanggal 4 Maret 2004.
- Ojha, N.D., H.K. Singh dan P. Traci. 1995. Separation Processes in Flavor Manufacturing. Didalam Bio-separation Processes in Food. R.K. Singh dan S.S.H. Rizvi (Ed.). IFT Basic Symposium Series, New York, Basel, Hong Kong.
- Ozek G., Ozek, T., K. H. C. Baser, A. Duran, M. Sagiroglu. 2006. Comparison of essential oil of *Xanthogalum purpurascens* Lallemand obtained via different isolation techniques. J. Essent. Oil Res. JEOR. 18(2): 181-184.
- Rao, B.R.R., P.N. Kaul, A.K. Bhattacharya, D.K. Rajput, K.V. Syamasundar dan S. Ramesh. 2006. Comparative chemical composition of steam-distilled and water-soluble essential oil of south american marigold (*Tagetes minuta* L.). J. Essent. Oil Res. JEOR. 2006. 18(6): 622-626.
- Riawan, S. 1990. Kimia Organik (Ed. 1). Binarupa Aksara, Jakarta.
- Sastrohamidjojo. 2004. Kimia Minyak Atsiri, Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.
- Sattler, K. dan H.J. Feindt. 1995. Thermal Separation Processes, Principles and Design. VCH, Weinheim, New York, Base, Cambridge, Tokyo.
- Wartini, N.M., Harijono, T. Susanto, Yuniarta dan R. Retnowati. 2008. Tingkat kesukaan dan senyawa penyusun ekstrak flavor daun salam (*Eugenia polyantha* Wight.). dari beberapa metode separasi. Agrotekno. 14 (2): 56-60.

Senyawa Penyusun Ekstrak Flavor Daun Salam (Eugenia polyantha Wight) Hasil Distilasi Uap Menggunakan Pelarut N-Heksana dan tanpa N-Heksana

Wartini, N.M., Harijono, T. Susanto, R. Retnowati dan Yuniarta. 2009. Senyawa Penyusun Ekstrak Flavor Daun Salam yang Dihasilkan dari Beberapa Metode Separasi. Seminar Nasional Basic Science 6. Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang, 21 Februari 2009.