

KOMPOSISI KIMIA OLEORESIN BIJI PALA (*Myristica fragrans* Houtt) YANG DIPEROLEH DENGAN EKSTRAKSI LANGSUNG DAN EKSTRAKSI BERTAHAPIndah Rodianawati¹⁾1) Program Studi Teknologi Hasil Pertanian Fakultas Pertanian Universitas Khairun
Jl. Kampus 2, Kel. Gambesi, Ternate Selatan, Maluku Utara, e-mail: rodiana79@gmail.com**Abstrak**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui komposisi kimia oleoresin biji pala yang diperoleh dengan berbagai cara ekstraksi. Dalam penelitian ini oleoresin biji pala diperoleh dengan tiga cara, yaitu Ekstraksi langsung dengan maserasi pada suhu 40°C, ekstraksi langsung dengan maserasi suhu 4°C, dan ekstraksi bertahap yaitu destilasi yang dilanjutkan dengan maserasi suhu 40°C. Oleoresin biji pala yang diperoleh dengan ekstraksi bertahap merupakan gabungan minyak atsiri dan hasil maserasi setelah penguapan pelarut. Minyak atsiri diperoleh dari bubuk biji pala kering yang didestilasi menggunakan uap dan air. Maserasi dilakukan menggunakan pelarut etanol, dengan rasio biji pala: etanol adalah 1:5 pada suhu 40°C selama 2.5 jam, yang dilanjutkan dengan penguapan pelarut menggunakan *rotary evaporator*. Ekstraksi langsung dilakukan dari bubuk biji pala kering yang dimaserasi dengan etanol pada suhu 40°C dan suhu 4°C. Komponen penyusun oleoresin biji pala yang diperoleh dengan ketiga cara tersebut dianalisis menggunakan *Gas Chromatography –Mass Spectroscopy* (GC-MS). Hasil penelitian menunjukkan ekstraksi oleoresin biji pala secara langsung suhu 40°C diperoleh oleoresin sebanyak (13.7 ± 1.2)% b/b, teridentifikasi 15 komponen dan komponen yang dominan adalah Myristicin (38.24%). Ekstraksi oleoresin biji pala secara langsung suhu 4°C diperoleh oleoresin sebanyak (15.2±0.9)% b/b, teridentifikasi 22 komponen dan komponen yang dominan adalah Myristicin (33.81%). Ekstraksi oleoresin biji pala secara bertahap diperoleh oleoresin sebanyak (16.0 ±0.26) % b/b, teridentifikasi 19 komponen dan komponen yang dominan adalah sabinene (43.42 %).

Kata kunci: Oleoresin biji pala, komposisi kimia, ekstraksi langsung, ekstraksi bertahap.

PENDAHULUAN

Pala (*Myristica fragrance* Houtt) merupakan rempah-rempah yang berasal dari kepulauan Banda. Selain kepulauan Banda, Maluku Utara juga termasuk daerah kepulauan yang memiliki komoditas pala yang cukup besar. Luas areal pengusaha pala di Indonesia berdasarkan statistik Ditjenbun (2006) tercatat 68,593 ha dengan produksi sekitar 8.943 ton. Menurut BPS Maluku Utara (2008), tercatat 24.122 ha luas areal pala dengan produksi 2.786 ton. Pala merupakan salah satu komoditas ekspor Maluku Utara. Bentuk ekspor pala yang paling banyak adalah biji dan fuli pala. Diketahui bahwa mutu pala Indonesia masih rendah, usaha untuk meningkatkan nilai jual pala yang bermutu rendah dilakukan dengan cara mengolah pala menjadi minyak atsiri, oleoresin pala dan *nutmeg butter*.

Oleoresin terdiri dari minyak atsiri dan resin serta komponen-komponen pembentuk flavor lainnya. Selain mengandung minyak atsiri yang membentuk aroma, oleoresin juga mengandung resin dan senyawa-senyawa yang tidak mudah menguap yang menentukan rasa khas rempah. Ekstraksi oleoresin dilakukan dengan pelarut organik, misalnya etilen diklorida, aseton, etanol, metanol, heksan, eter dan isopropil alkohol (Somaatmadja, 1981; Moestofa, 1981 dalam Abubakar *et al.*, 2007). Pemilihan pelarut, suhu, cara ekstraksi dan lama ekstraksi sangat berpengaruh terhadap kualitas dan kuantitas oleoresin yang diperoleh. Dalam

ekstraksi oleoresin mula-mula bahan rempah yang telah digiling diekstraksi dengan pelarut organik yang sesuai, dengan cara perkolasi atau maserasi, kemudian pelarut diuapkan dalam kondisi vakum. Ekstrak yang tertinggal merupakan oleoresin yang biasanya bercampur dengan minyak, lemak, pigmen dan komponen flavor yang terekstrak dari bahan asal. Oleoresin yang diperoleh merupakan cairan yang kental atau semi padat yang mempunyai karakteristik rasa dan aroma sama dengan bahan asalnya. Untuk memudahkan proses selanjutnya, oleoresin yang diperoleh dapat diencerkan dengan minyak atsiri hasil penyulingan dari bahan rempah yang sama. Perolehan oleoresin dipengaruhi oleh jenis pelarut, suhu dan cara ekstraksi (Abubakar *et al.*, 2007).

Menurut Abubakar *et al.* (2007) ekstraksi oleoresin yang dilakukan sesudah destilasi minyak atsiri dapat menekan kehilangan minyak atsiri pada waktu proses penguapan pelarut yang masih terkandung dalam oleoresin. Rismunandar (1990) mengemukakan ada dua prosedur ekstraksi oleoresin biji pala, pertama ekstraksi langsung dan kedua ekstraksi bertahap. Pada proses ekstraksi secara langsung memerlukan ketelitian agar minyak atsiri tidak sampai terbawa oleh pelarut yang dipisahkan (*recovered solvent*), sedangkan pada proses ekstraksi secara langsung lebih aman namun memerlukan tenaga dan biaya tambahan untuk proses destilasi. Pada ekstraksi secara bertahap kadar minyak atsiri dapat diatur

tinggi rendahnya. Kedua prosedur tersebut dapat dilihat pada Gambar 1.

Komposisi kimia oleoresin biji pala dipengaruhi juga cara ekstraksi yang digunakan (Abubakar *et al.*, 2007). Pala mengandung komponen-komponen aktif yang dapat dimanfaatkan sebagai antioksidan (Jukić, M *et al.*, 2006), antijamur (Rahman *et al.*, 1999), antibakteri (Stanković *et al.*, 2006; Nanasombat dan Lohusupthawee, 2005) dan antimikroba (Dorman and Deans, 2000; Davidson *et al.*, 1983 dan Indu *et al.*, 2006) dalam bidang pangan, farmasi dan kosmetik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui komposisi kimia oleoresin biji pala yang diperoleh dengan berbagai cara ekstraksi, khususnya ekstraksi langsung pada suhu 40°C, suhu 4°C dan ekstraksi bertahap.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Biji pala jenis *Myristica fragrans* Houtt yang berumur 5-6 bulan, panen bulan juli 2009, berasal dari kota Ternate, Maluku Utara. Biji pala dikeringkan dengan kabinet dryer sampai kadar air 10-15%. Pelarut organik yang digunakan ethanol 96%, Na₂SO₄ anhidrat, dan botol sampel.

Alat yang digunakan untuk ekstraksi adalah seperangkat *water and steam destilator*, kompor gas, erlemeyer 500 mL, *hot plate stirrer*, *rotary evaporator*, *magnetic turrer*, kertas saring, kertas whatman no. 42, ayakan 20 mesh, penyaring vacuum, GC-MS.

Metode

1. Oleoresin biji pala dengan metode ekstraksi langsung suhu 40°C

Ekstraksi dilakukan secara langsung tanpa didestilasi terlebih dahulu. Biji pala kering dihancurkan menggunakan blender kering, kemudian diayak menggunakan ayakan 20 mesh. Bagian yang lolos 20 mesh diambil sebanyak 100 gram untuk diekstraksi, metode ekstraksi yang digunakan adalah metode maserasi menggunakan pelarut ethanol 96% dengan perbandingan bahan dan pelarut adalah 1:5, suhu ekstraksi 40°C dengan pengadukan selama 2,5 jam, ekstraksi dilakukan dengan menggunakan *hot plate stirrer* (Utama dan Cisilia, 2003). Setelah diekstraksi disaring dengan penyaring vacuum yang dilapisi kertas saring untuk memisahkan filtrat dan ampas kemudian disaring lagi menggunakan kertas whatman no. 42 agar benar-benar tidak ada ampas yang tercampur dengan filtrat. Filtrat didinginkan pada suhu 4°C selama 1 jam, kemudian disaring untuk memisahkan *nutmeg butter*.

Filtrat diuapkan etanolnya dengan menggunakan *rotary evaporator* dengan kondisi suhu 40°C dan tekanan 175 mbar. Ekstraksi ini diulang sekali lagi dengan cara yang sama sehingga diperoleh filtrat 1 dan 2 yang kemudian masing-masing ditimbang beratnya. Filtrat 1 dan filtrat 2 merupakan oleoresin.

2. Oleoresin biji pala dengan metode ekstraksi langsung suhu 4°C

Ekstraksi langsung suhu 4°C dilakukan dengan cara yang sama dengan ekstraksi langsung suhu 40°C. Perbedaannya pada suhu ekstraksi digunakan suhu 4°C, sehingga ekstraksi langsung suhu 4°C dilakukan di dalam *cool room*.

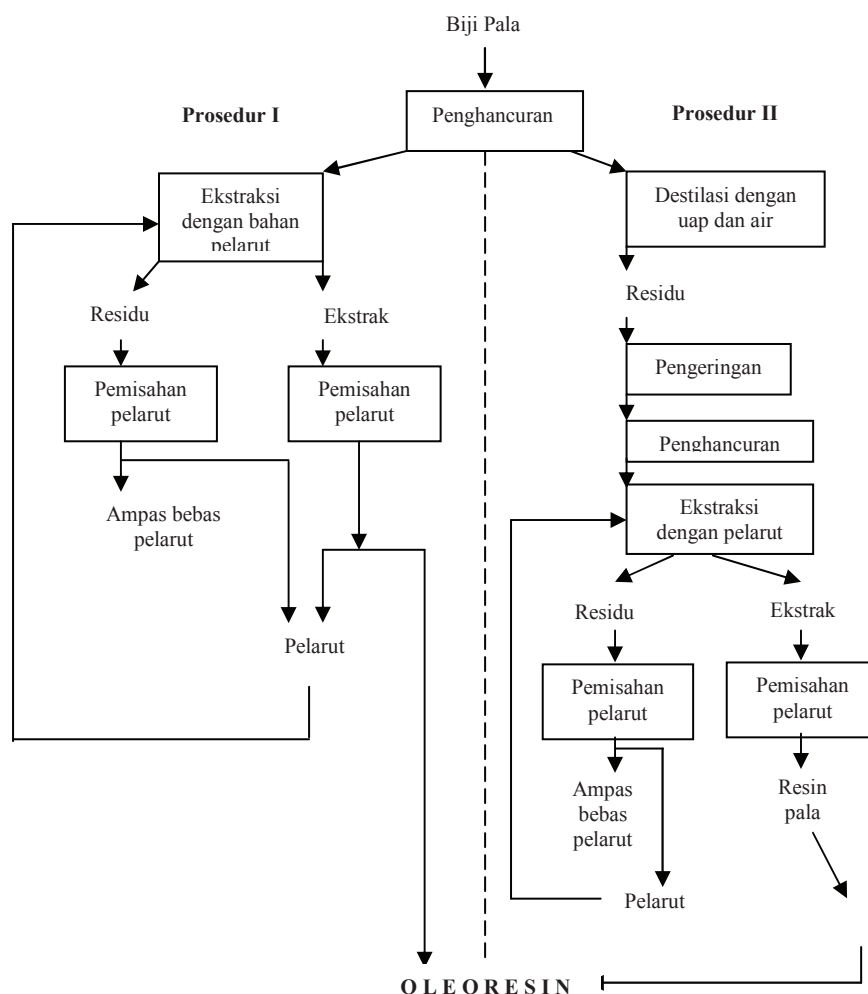
3. Oleoresin biji pala dengan metode ekstraksi bertahap

Pembuatan oleoresin pala dilakukan dengan metode bertahap, yaitu dengan destilasi 100 gram biji pala kering yang sudah dihancurkan untuk mendapatkan minyak atsiri yang kemudian dilanjutkan ekstraksi dengan pelarut (Rismunandar, 1990; Widardo *et al.*, 1995), destilasi yang dilakukan adalah destilasi air dan uap (dikukus) (Purseglove *et al.*, 1981). Minyak atsiri yang dihasilkan dikeringkan / dihilangkan kadar airnya dengan penambahan natrium sulfat anhidrat (Na₂SO₄ anhidrat), kemudian ditetapkan hasilnya (% db).

Ampas sisa destilasi dikeluarkan dari destilator dan dikeringkan menggunakan kabinet dryer sampai kadar air 10-15%. Setelah kering ampas dihancurkan menggunakan blender kering, kemudian diayak menggunakan ayakan 20 mesh. Bagian yang lolos 20 mesh dengan yang tidak lolos dipisahkan, kemudian masing-masing diekstraksi, metode ekstraksi yang digunakan adalah metode ekstraksi langsung suhu 40°C. Dari ekstraksi ini akan diperoleh filtrat 1 dan filtrat 2 yang merupakan resin, resin yang diperoleh dicampur dengan minyak atsiri sampai homogen, campuran inilah yang disebut oleoresin biji pala.

4. Analisis Gas Chromatography –Mass Spectroscopy (GC-MS)

Setelah diperoleh oleoresin pala, dilanjutkan dengan pengujian menggunakan GC-MS untuk mengetahui komponen-komponen yang terdapat dalam oleoresin pala. Oleoresin pala dianalisa dengan GC-MS dengan kondisi sebagai berikut: Shimadzu GCMS-QP2010S dilengkapi dengan kolom Rtx-5MS (diameter dalam 0.25 mm, panjang 30 m, dan ketebalan film 0.25µm) digunakan untuk analisa GC.



Gambar 1. Skema Ekstraksi Oleoresin Pala (Rismunandar, 1990)

Kondisi GC: suhu 80°C dinaikkan sampai 250°C (4°C/menit) kemudian pada suhu 250 dipertahankan selama 20 menit, suhu injektor dan detektor 290°C, gas pembawa Helium dengan kecepatan aliran 80ml/min, dan detektor yang digunakan FID. Sampel yang dianalisa dengan GC-MS sebanyak 0,01µL.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dibuat oleoresin dari biji pala dengan ekstraksi langsung pada suhu 40°C, suhu 4°C dan ekstraksi bertahap. Biji pala yang digunakan adalah jenis *Myristica fragranca* Houtt asal Maluku Utara, dengan kadar air 10,6%, kadar lemak biji pala rata-rata 33,4%, dan kadar minyak 6,6%. Hasil ekstraksi seperti yang terdapat pada Tabel 1. Tabel 1 menunjukkan bahwa dari 100 gram biji pala yang diekstraksi dengan ketiga metode ekstraksi akan diperoleh oleoresin dengan jumlah rendemen yang berbeda-beda. Rendemen yang paling tinggi terdapat pada oleoresin biji pala yang diekstraksi dengan metode ekstraksi bertahap

(16,0±0,26). Oleoresin yang diperoleh pada penelitian ini adalah oleoresin yang sudah di pisahkan dari *nutmeg butter*. Somaatmadja, 1984 mengemukakan bahwa ekstraksi biji pala langsung dengan ethanol dingin dapat menghasilkan 18 – 16% oleoresin kasar dan hasil tersebut terus didinginkan dan disaring, oleoresin yang dihasilkan menjadi 10 -12 % dan sisanya adalah lemak trimyristin yang disebut *nutmeg butter*. Berdasarkan hal tersebut membuktikan bahwa metode ekstraksi langsung yang digunakan dalam penelitian ini menghasilkan oleoresin yang lebih banyak. Dalam penelitian yang dilakukan oleh Widardo dkk (1995) menunjukkan bahwa ekstraksi biji pala yang menggunakan metode ekstraksi bertahap akan diperoleh rendemen oleoresin antara 11,52% - 16,51%, tergantung pelarut organik yang digunakan. Berdasarkan penelitian Widardo dkk (1995) oleoresin biji pala yang diperoleh dari ekstraksi bertahap pada penelitian ini tidak jauh berbeda.

Tabel 1. Hasil ekstraksi biji pala

Cara Ekstraksi	Minyak Atsiri (gram)	Hasil Ekstraksi (gram)		Oleoresin (gram)
		E1	E2	
Eksraksi Langsung Suhu 40°C	-	8.4 ± 0.7	5.3 ± 0.6	13.7 ± 1.2
Eksraksi Langsung Suhu 4°C	-	8.7 ± 2.5	6.5 ± 2.6	15.2 ± 0.9
Ekstraksi Bertahap	6.6 ± 0.31	6.2 ± 0.35	3.19 ± 0.17	16.0 ± 0.26

Tabel 2. Komposisi komponen oleoresin biji pala

No	Komponen	Peak area (%)		
		E. Langsung 40°C	E. Langsung 4°C	E. Bertahap
1	α-Thujene	1.78	1.63	1.45
2	α-Pinene	-	-	13.27
3	Sabinene	2.89	2.57	43.42
4	β-Pinene	-	-	9.95
5	β-Myrcene	-	-	2.56
6	Phellandrene	-	-	0.56
7	δ-Carene	-	-	0.63
8	α-Terpinene	1.42	1.81	1.16
9	1-metyl-4-isopropil benzene	-	-	0.22
10	Limonene	-	-	5.78
11	γ-Terpinene	2.46	2.71	1.79
12	α-Terpinolene	-	0.83	0.82
13	Cyclohexen	6.37	5.47	2.62
14	Sabinene hydrate acetate	-	0.67	-
15	Solanone	-	0.45	-
16	Endo Bornyl acetate	-	0.50	-
17	1,3 benzodioxole	4.32	3.95	0.65
18	1-P-Menthen-8-YL- Acetate	1.53	1.32	-
19	α- Capoene	1.51	1.27	0.30
20	trans-methyl isoeugenol	3.23	2.46	3.19
21	trans-caryophyllene	0.84	0.85	-
22	trans-α-bergamotene	5.22	4.53	-
23	β-Bisabolene	-	0.54	-
24	Myristicin	38.24	33.81	6.77
25	trans-isoelimicin	19.79	17.00	4.35
26	Methoxyeugenol	6.66	5.89	-
27	Tetradecanoic acid	3.74	2.73	-
28	Methanone	-	2/72	-
29	Benzaldehyde	-	6.29	0.51
Jumlah Komponen		15	22	19

Hasil analisis menggunakan GC-MS ditunjukkan pada Gambar 2 dan Tabel 2, terlihat bahwa oleoresin biji pala yang diperoleh dalam penelitian ini teridentifikasi 15 komponen untuk ekstraksi oleoresin biji pala secara langsung suhu 40°C, dan komponen yang paling dominan adalah Myristicin (38.24%). Pada Ekstraksi oleoresin biji pala secara langsung suhu 4°C teridentifikasi 22 komponen dan komponen yang dominan adalah Myristicin (33.81%). Ekstraksi oleoresin biji pala secara bertahap teridentifikasi 19 komponen dan yang dominan adalah sabinene (43.42 %).

Komponen yang paling banyak diperoleh pada ekstraksi biji pala langsung suhu 4°C, hal ini menunjukkan bahwa pada ekstraksi suhu rendah dapat mempertahankan komponen oleoresin biji pala, karena ekstraksi dengan suhu rendah akan mengurangi komponen volatil yang hilang saat ekstraksi. Pada ekstraksi bertahap diperoleh komponen yang lebih sedikit dibandingkan dengan ekstraksi biji pala langsung suhu 4°C, hal ini kemungkinan disebabkan beberapa hal antara lain keterbatasan kondisi alat destilasi yang terdapat di laboratorium terutama pada

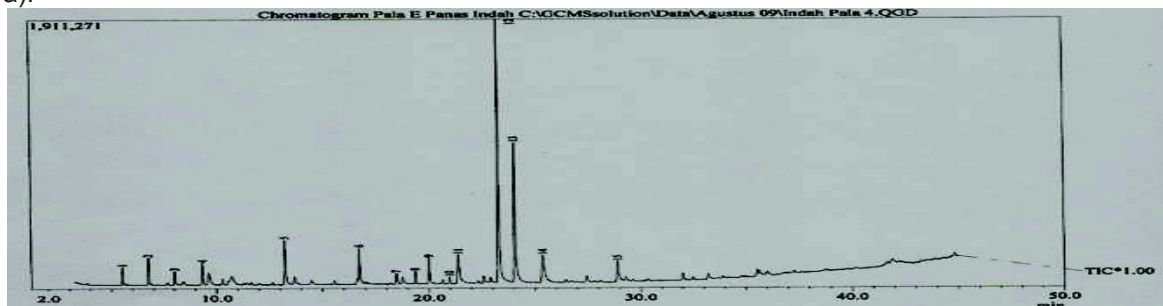
proses pendinginan, dimana tidak semua uap terkondensasi sempurna, hal ini ditunjukkan dengan suhu yang masih tinggi dan adanya bau saat kran pada *cleverger* dibuka untuk mengambil minyak atsiri dan air yang terkondensasi.

Komponen yang dominan pada oleoresin hasil ekstraksi langsung baik pada suhu 40°C atau 4°C adalah Myristicin, sedangkan pada ekstraksi bertahap komponen yang dominan adalah sabinene. Perbedaan komponen dominan ini disebabkan karena metode ekstraksi yang digunakan. Hasil analisis GC-MS etanol sisa ekstraksi langsung yang diperoleh setelah penguapan menunjukkan masih teridentifikasi lima komponen (yaitu: α -thujene, sabinene, β -pinene, β -myrcene, dan limonene), dan komponen yang dominan adalah sabinene. Hal ini membuktikan bahwa pada ekstraksi

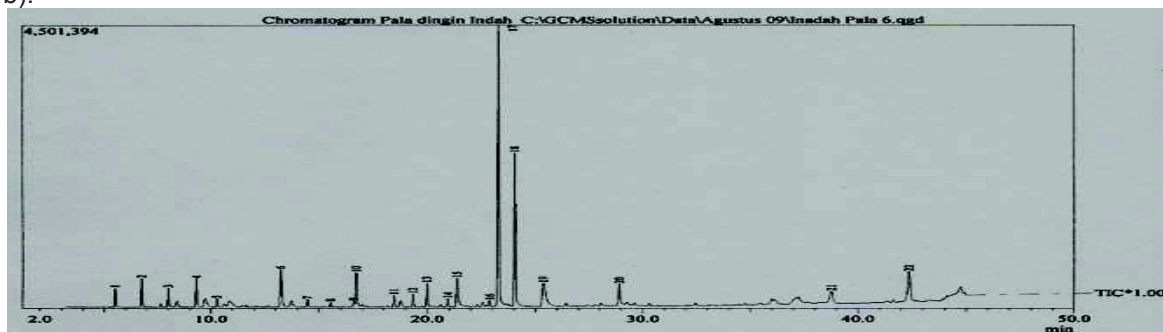
langsung, komponen sabinene banyak yang hilang saat penguapan etanol dengan menggunakan *rotary evaporator*, dengan demikian pada ekstraksi langsung komponen yang dominan adalah myristicin. Hal ini berbeda dengan komponen oleoresin hasil ekstraksi bertahap, pada ekstraksi ini komponen yang dominan adalah sabinene, hal ini dikarenakan komponen sabinene banyak terdapat pada hasil analisis GC-MS minyak atsiri yang diperoleh dari destilasi.

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa oleoresin yang diperoleh dengan ekstraksi langsung dan ekstraksi bertahap mempunyai komposisi kimia yang berbeda. Komponen kimia yang paling banyak terdapat pada oleoresin yang diperoleh dari ekstraksi langsung biji pala pada suhu 4°C.

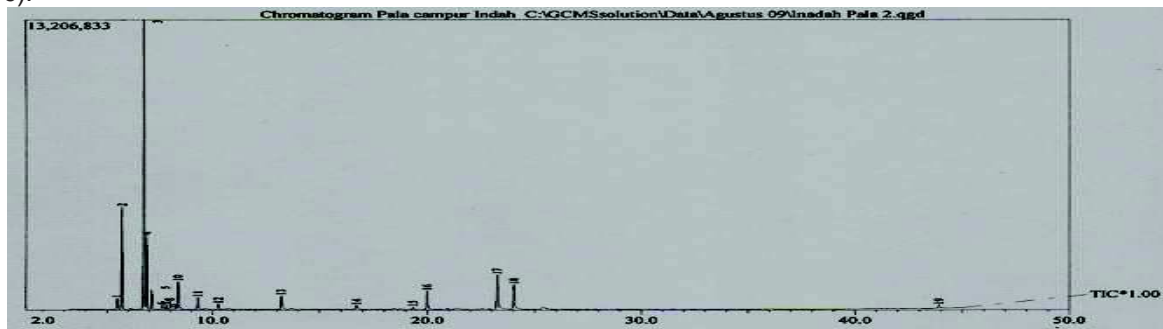
a).



b).



c).



Gambar 2. GC-MS oleoresin biji pala pada: a) ekstraksi langsung pada suhu 40°C. b) ekstraksi langsung pada suhu 4°C. dan c) ekstraksi bertahap

DAFTAR PUSTAKA

- Abubakar, Edy Mulyono dan Yulianingsih. 2007. *Prospek Oleoresin dan Penggunaannya di Indonesia*. Balai Besar Litbang Pascapanen Pertanian, Bogor
- BPS Maluku Utara. 2008. *Maluku Utara dalam Angka*. Badan Pusat Statistik Maluku Utara, Ternate.
- Davidson, P.M., S.L. Post, and A.L. Brannen 1983. *Naturally occurring and miscellaneous food antimicrobial*. In Brannen, A.L., Davidson, P.M. (Eds) *Antimicrobial in Food*. Marcel Dekker Inc. pp 371-419.
- Dorman, H.J.D. and S.G. Deans. 2000. *Antimicrobial Agent From Plants: Antibacterial Activity of Plant Volatile Oils*. *Journal of Applied Microbiology*; 88; 308-316.
- Indu, M.N., A.A.M. Hatha, C. Abirosh, U. Harsa, and G. Vivekanandan (2006). *Antimicrobial Activity of Some of The South-Indian Spices Against Serotypes of Escherichia coli, Salmonella, Listeria monocytogenes and Aeromonas hydrophila*. *Brazilian Journal of Microbiology*; 37:153-158.
- Jukic, M., Politeo, O., Milos, M. (2006). *Chemical Composition and Antioxidant of Free Volatile Aglycones From Nutmeg (Myristica fragrans Houtt.) Compared to Its Essential Oil*.
- CROATICA CHEMICA ACTA CCACAA 79 (2) 209-214
- Nanasombat, S. and P. Lohasupthawee. 2005. *Antibacterial Activity of Crude Ethanolic*. *KMITL Sci. Tech. J. Vol. 5 No.3.527-538*.
- Purseglove, J.W., E.G. Brown., C.L. Green, and S.R.J. Robbins. 1981. *Spices: Nutmeg and Mace*. Vol. I. Longman Inc. New York. P. 174-228.
- Rahman, A., Choudhary, M.I., Farooq, A., Ahmed, A., Zafar, M., Demirci, B., Demirci, F., Baser, K.H.C. (1999). *Antifungal Activities and Essential Oil Constituents Some Spices from Pakistan*. [Third International Electronic Conference on Synthetic Organic Chemistry \(ECSOC-3\), www.reprints.net/ecsoc-3.htm, September 1-30, 1999](http://www.reprints.net/ecsoc-3.htm)
- Rismunandar. 1990. *Budidaya dan Tataaniaga Pala*. Cetakan kedua. PT. Penebar Swadaya. Jakarta.
- Stankovic, N., Comic, L., Kocic, B. (2006). *Microbiological Correctness of Spices on Sale in Health Food Stores and Supermarkets in NIS*. *ACTA FAC MED NAISS*; 23 (2): 79-84
- Somaatmadja D. 1984. *Penelitian Pengembangan Pengolahan Pala dan Fuli*. Komunikasi No. 215. Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Industri Hasil Pertanian, Bogor.
- Somaatmadja, D. 1981. *Prospek pengembangan industri oleoresin di Indonesia*. Makalah di dalam Hasil Perumusan dan Kumpulan Kertas Kerja Pekan Pengembangan Ekspor Rempah-rempah Olahan di Tanjung Karang, Lampung, 21-22 Januari.
- Utomo, J. dan M. Cisilia. 2003. *Pengaruh ukuran Biji Pala dan Rasio Pelarut Terhadap Rendemen dan Mutu Oleoresin Biji Pala (Myristica fragrans Houtt)*. Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia 2003. <http://digilib.che.itb.ac.id/download.php?id=1637>.
- Widardo, S.H., H. F.G. Kaseke, Y. Mandei, T. R. Tambuwun, D. Hartanto, F. Mewengkang, L. Tora, dan F. Wangka. 1995. *Penelitian Ekstraksi Oleoresin Biji Pala Dengan Beberapa Pelarut*. *Majalah Ilmiah BIMN*. Balai Penelitian dan Pengembangan Industri Menado. Edisi 8. P 18-23.

TANYA JAWAB

Penanya : Agung AK (UNPRI)

Pertanyaan :

Ekstraksi menggunakan Et-OH, apakah tidak ada gangguan dari senyawa-senyawa nonpolar lain? (Berkaitan dengan rendemen yang dihasilkan?)

Jawaban :

Pada ekstraksi langsung dan ekstraksi bertahap, setelah diperoleh filtrat hasil ekstraksi didinginkan selama 1 jam kemudian disaring dengan kertas watman 42 sehingga nutmeg butter (komponen nonpolar) terpisah → sehingga rendemen yang dihasilkan sudah terpisah dari nutmeg butter.

Ada cara lagi untuk memisahkan komponen nonpolar, tetapi belum dilakukan dalam penelitian ini, yaitu pertama diekstraksi menggunakan heksana untuk mengambil komponen nonpolar, dan dilanjutkan dengan ekstraksi menggunakan etanol