

ISOLASI SENYAWA ANTI BAKTERI GERANIOL DARI MINYAK SEREH WANGI (*Citronella Oil*) DENGAN MENGGUNAKAN DISTILASI VAKUM

Uswatun Hasanah¹, Zulkifli*², Teuku Rihayat³, Andi Wardana⁴, dan Cut Nazia N⁵

^{1,2,3,4,5}Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Lhokseumawe

Jl.Medan-Banda Aceh,Buketrata,Lhokseumawe

email: uswaaton@yahoo.com

ABSTRACT

This study aims to increase geraniol levels in citronella oil, using vacuum distillation. Geraniol is a compound that has been legalized by IFRA (Fragrance International Association) as a scent compound, so geraniol is a reference to be formulated in the form of Anti-bacterial perfume products, but the levels of geraniol in citronella oil are still very low. This encourages the processing of fragrant citronella oil to be processed, by increasing geraniol levels using vacuum distillation, with variations in pressure: 8,6,4,2,1 mbar, during operating times: 20, 40, and 60 minutes up to FBP (Final Boiling Point). Samples were analyzed using GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry), FT-IR, refractive index, and bacterial testing. The results showed that the use of low pressure affected increasing geraniol levels. The maximum increase in geraniol content was 80.11% at a pressure of 1 mbar at the Final Boiling Point operation, with a refractive index of 1.501, whereas in the FTIR test there was an intense broad peak in the range 2200-3200 cm⁻¹ especially at 3086.98 cm⁻¹ according to the OH hydroxyl polymer group at Geraniol. This study increased geraniol levels from 20.32% to 80.11. The results of the anti-bacterial perfume test showed higher antibacterial activity against the strains of Staphylococcus Aerus compared to E. coli, which was at 48 hours with an inhibition diameter of 10.13 mm.

Keywords: Antibacterial, perfume, citronella oil, geraniol, vacuum distillation

PENDAHULUAN

Permintaan konsumen terhadap parfum yang aman dan tanpa zat kimia yang berbahaya merupakan suatu tantangan bagi kalangan industri parfum. Hal ini mendorong peningkatan bagi penemuan kandungan parfum dengan usaha mencari kontaminan yang alami dan terbarukan. Ahli dermatology menjelaskan bahwa reaksi yang paling umum terjadi adalah penggunaan cosmetics, salah satunya bahan wewangian khususnya parfum[1]. Salah satu cara yang dilakukan produsen agar dapat menghindari timbulnya alergi tersebut dengan mengontrol konsentrasi dan

campuran aroma dalam parfum dan menghindari aktivitas dari bakteri.

Kebanyakan parfum yang sudah di uji, menunjukkan bahwa konsentrasi dari parfum tersebut diluar batas aman, sehingga dapat berpotensi menyebabkan dermatitis kontak alergi[2].

Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa minyak serih wangi (Citronella Oil) merupakan salah satu komponen yang dapat mencegah timbulnya alergi tersebut, akibat adanya zat geraniol sebagai anti bakteri yang terkandung didalam serih wangi[3]. Geraniol merupakan alkohol terpen (zat wewangian) yang mempunyai peranan penting dalam industri parfum dan terdapat

pada berbagai essential oil dari beberapa tanaman aromatik[4, 5]. Selain memiliki aroma yang menyenangkan, geraniol telah diteliti mempunyai sifat penolak insektisida, antimikroba, antiseptik dan antioksidan[6, 7].

Sereh Wangi (Citronella Oil)

Sereh wangi merupakan salah satu tanaman yang menghasilkan minyak atsiri (essential oil) yang merupakan bahan dasar dari wangi wangi alami yang dapat dikembangkan menjadi beberapa produk seperti sabun, shampoo, lotion, dan parfum. Komponen utama minyak sereh wangi terdiri dari senyawa sitronelal, 55,23%, geraniol 26,29%, dan sitronelol 13,41%, yang mengindikasikan minyak serai wangi berkualitas tinggi.

Geraniol

Geraniol adalah monoterpenoid dan alkohol. Geraniol juga bisa didapatkan dari minyak mawar, minyak palmarosa, dan minyak sereh (citronella oil). Geraniol berupa cairan berwarna kuning pucat, berbau menyengat, dan sering digunakan sebagai parfum. Kandungan geraniol dalam minyak sereh wangi sebesar 11-15%.

Kajian mengenai geraniol sebagai agen anti-bacterial sudah dirangkum dalam jurnal review mengenai kumpulan penelitian penelitian dari senyawa geraniol, dapat disimpulkan geraniol merupakan salah satu molekul paling penting dalam industri aroma (parfum) dan digunakan sebagai bahan baku dalam industri-industri parfum. Selain bau yang menyenangkan, geraniol diketahui menunjukkan sifat penolak insektisida dan digunakan sebagai pengendali hama alami yang menunjukkan toksisitas rendah. Geraniol juga berperan penting di dunia medis yaitu sebagai senyawa yang mengandung obat untuk anti tumor, leukemia dan hepatoma [4].

Penelitian yang dilakukan juga menunjukkan bahwa geraniol dapat menghambat pertumbuhan patogen pada

variasi suhu (25°C), aplikasi geraniol dapat mengurangi patogen pada permukaan ayam, mencegahnya masuk kedalam tubuh, dan membantu terhindar dari adanya gangguan kesehatan. Sehingga geraniol telah disarankan untuk mewakili solusi medis sebagai obat untuk kanker[6].

Isolasi Geraniol menggunakan Distilasi Vakum

Penelitian mengenai pemisahan senyawa sitronellal dan geraniol menggunakan distilasi vakum sudah dilakukan oleh Eden, dkk dengan melakukan isolasi geraniol dari java citronella oil dan pemurnian citronella oil pada tekanan -76 cmHg dan rasio refluks 5 : 1. Analisa GCMS menunjukkan kemurnian citronellal mencapai 80,65%, geraniol 76,53%[8].

Penelitian sebelumnya dalam meningkatkan kadar geraniol juga dilakukan menggunakan metode distilasi vakum dengan memvariasikan suhu dan diperoleh hasil pada suhu yang lebih tinggi akan mempengaruhi peningkatan geraniol[9].

Kajian ini fokus peningkatan kualitas kadar geraniol pada essential oil sereh wangi (*Citronella oil*) dengan menggunakan metode distilasi vakum untuk menghasilkan isolat geraniol yang efektif sebagai senyawa anti-bacterial pada parfum. Kajian dilakukan pada variasi tekanan vakum dan dilakukan arakterisasi terhadap geraniol yang dihasilkan.

METODE

Peralatan yang digunakan pada proses pembuatan parfum dari geraniol ialah kertas saring, alumunium foil, botol parfum, beaker glass, gelas ukur 100 ml, dan seperangkat alat distilasi vakum. Sedangkan peralatan yang digunakan untuk tahap analisa adalah GC-MS, FTIR, indeks bias, thermometer dan pipet tetes.

Bahan yang digunakan untuk pembuatan parfum yaitu minyak atsiri sereh

wangi (citronella oil) yang diperoleh dari hasil penyulingan masyarakat, air, minyak pappermint, media agar PDA, bakteri *Staphylococcus Aerus* & *Escherichia coli* dan alkohol 95%. Minyak atsiri dianalisa komposisi awalnya dengan menggunakan *Chromatography Massa* (GC-MS) sebelum proses pemvakuman.

Isolasi Geraniol

Isolasi geraniol dilakukan dengan menggunakan peralatan distilasi vakum dengan prosedur 200 ml minyak sereh wangi dimasukkan kedalam glass receiver dan dipanaskan dengan setiing suhu 30 sampai 80 °C dan setting pompa vakum pada 1-2 mbar. Setelah semua setting dalam kondidi aman maka peralatan distilasi vakum dihidupkan dan dimasukkan data sesuai dengan kondisi yang dikaji. Apabila sudah mencapai suhu yang di inginkan peralatan dihentikan dan hasil distilasi ambil setelah melalui proses pendinginan selesai dan data hasil analisa dicatat.

Analisa dan Pengujian

Gas chromatography spektrometri massa (GC-MS)

Analisis sampel *citronella* dilakukan dengan kromatografi gas GC-MS (GC-Shimadzu 2010 dengan autosampler dan detektor ionisasi. GC-MS dihubungkan dengan spektrometer massa (Agilent 5975C) menggunakan kolom kapiler DB-1MS (30 x 0,25 mm I.D .0,25 µm tebal lapisan). Suhu injektor dan detektor ditetapkan pada 250°C. Suhu oven diprogram pada 40°C selama 8 menit, dinaikkan pada 3°C/menit hingga 240 °C dan kemudian ditahan selama 10 menit. Helium sebagai gas pembawa diatur pada laju alir 1,2 mL / menit. Volume sampel yang disuntikkan adalah 1,0 Ml dengan tujuan untuk mengidentifikasi kualitatif dari keberadaan senyawa yang ada di dalam minyak sereh wangi.

Uji Indeks Bias

Teteskan sampel yang akan diperiksa indeks biasanya pada tempat sampel Refraktometer. Tutup dengan rapat dan biarkan cahaya melewati larutan serta melalui prisma sehingga cahaya pada layar dalam alat tersebut terbagi menjadi dua. Geser tanda batas tersebut dengan memutar knop pengatur, sehingga memotong titik perpotongan dua garis diagonal yang saling berpotongan terlihat pada layar. Amati dan baca skala indeks bias yang ditunjukkan oleh jarum layar skala melalui mikroskop. Layar hasil dua warna yang telah diatur sedemikian sehingga memberikan dua warna yang mempunyai warna yang jelas dan tegas.

Analisa FTIR ((Spektrofometer Fourier Transform Infra Red)

Spektroskopi infrared dari minyak sereh wangi yang diperoleh dengan pallet KBr (Kalium bromide) menggunakan Shimadzu FTIR Spektrofotometer. Minyak sereh wangi yang diperoleh dari hasil penyulingan masyarakat yang akan di analisa IR spektrum yang ada didalam FTIR spektrometer "IR Affinity1" (Shimadzu Corporation, Jepang), diukur dalam kisaran antara 4000-400 cm – 1 dengan resolusi dari 2 cm – 1 dan 30 scan per spectrum, dengan latar belakang pelelehan KBr kosong

HASIL DAN PEMBAHASAN

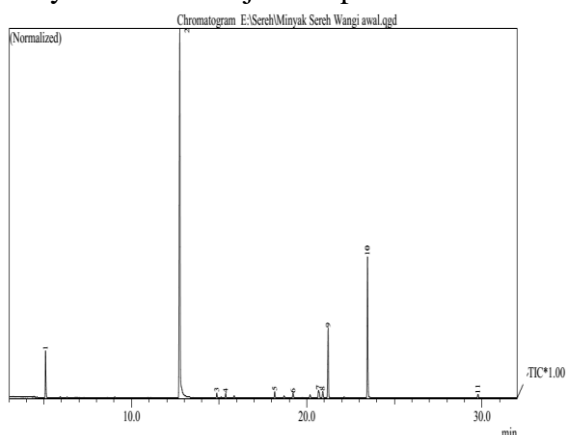
Hasil kajian penelitian ditunjukkan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Hasil pengujian karakteristik minyak sereh wangi

Tekanan (mbar)	Waktu (menit)	Volume (ml)	Suhu Teramati ACT	Warna	Indeks Bias
8 mbar	20	20,5	96,5 °C	Bening	1,320
	40	57	105 °C	Bening	1,342
	60	58	106 °C	Kuning Pucat	1,469
6 mbar	20	61,5	87 °C	Bening	1,333
	40	46	102 °C	Bening	1,348
	60	31,6	106 °C	Kuning Pucat	1,468
4 mbar	20	68,9	73.4 °C	Bening	1,341
	40	40,5	80.9°C	Bening	1,375
	60	27	97.2 °C	Kuning Pucat	1,378
2 mbar	20	66,5	74,1 °C	Bening	1,320
	40	38	80,8 °C	Bening	1,365
	50	22	87,2	Kuning Pucat	1,468
1 mbar	20	69, 5	63 °C	Bening	1,320
	40	39	65 °C	Bening	1,334
	60	18	68 °C	Kuning Pucat	1,379

Karakterisasi Bahan Baku (Citronella Oil)

Hasil pemeriksaan awal kandungan minyak sereh ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Hasil Uji GC-MS Minyak Sereh Wangi Awal

Hasil analisa GC-MS menunjukkan bahan baku mengandung 59,28% Sitronellal, 9,57% Sitronellol, dan 20,32% Geraniol, yang menunjukkan kandungan sitronellal sudah memenuhi mutu pasar internasional yaitu kadar sitronelal 35%. Selain itu sifat fisik dan kimiawi minyak

Sereh Wangi yang digunakan sebagai bahan penelitian ini juga memenuhi syarat mutu berdasarkan Standar Nasional Indonesia (SNI).

Nomor urut komponen-komponen tersebut di atas menunjukkan urutan waktu keluarnya gambar "puncak" atau peak dari komponen-komponen yang bersangkutan, pada saat dilakukan analisis dengan menggunakan GC-MS. Hal ini sebenarnya juga bisa dipakai sebagai indikasi untuk mengetahui besarnya titik didih komponen yang yang bersangkutan. Makin belakangan keluarnya peak hasil analisis GC-MS dari suatu komponen berarti makin tinggi pula titik didih dari komponen yang bersangkutan. Dengan demikian, apabila menginginkan kadar yang tinggi dari hasil pemisahan ini, maka harus memperhatikan besarnya tekanan vakum yang digunakan, suhu atau titik didih dari fraksi yang diinginkan, refluks ratio dan waktu proses.

Kajian pada penelitian ini, difokuskan untuk pemisahan senyawa Sitronelal, sitronelol dan Geraniol, atau

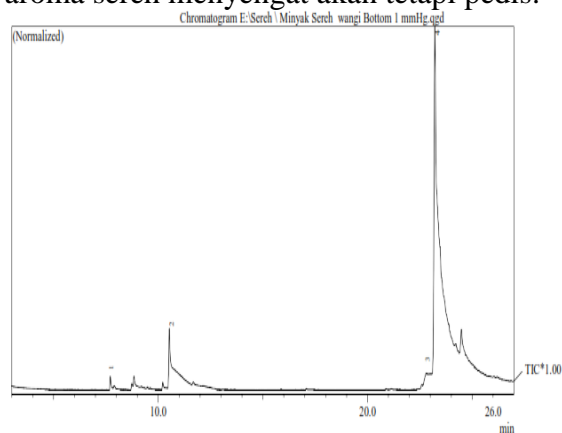
lebih tepatnya adalah peningkatan dari senyawa geraniol. Isolasi geraniol dilakukan menggunakan alat Distilasi Vakum ASTM (Koehler) D1160 dengan bervariasi tekanan yaitu 8 mbar, 6 mbar, 4mbar, 2 mbar dan 1 mbar dengan variasi waktu operasi 20, 40, dan 60 menit. Sampel yang di uji GC-MS hanya terdiri dari perlakuan pada komponen Bottom dikarenakan berdasarkan jurnal, serta melihat sifat fisik kimia yang mendekati sifat fisik dan kimia geraniol maka diasumsikan bahwa geraniol berada pada *residu (bottom)* karena geraniol memiliki titik didih paling tinggi dari ke dua komponen utama lainnya otomatis sitronellal akan mendominasi labu distilat karena titik didihnya rendah.

Pengaruh Tekanan Operasi Terhadap Kadar Geraniol

Isolasi geraniol pada minyak sereh wangi dilakukan dengan cara menguapkan komponen *citronellal* yang terkandung dalam minyak sereh wangi sehingga diharapkan konsentrasi *geraniol* lebih tinggi berada pada residu. Metode distilasi vakum dipilih karena titik didih *citronellal* yang tinggi sehingga jika proses distilasi dilakukan secara vakum akan menurunkan titik didih *citronellal*. Hal ini juga untuk menjaga agar komponen-komponen pada minyak sereh wangi tidak rusak akibat pemanasan yang tinggi. Apabila menginginkan kadar tinggi dari suatu senyawa maka yang harus dilakukan terlebih dahulu adalah memperhatikan besarnya tekanan vakum, suhu/titik didih dari senyawa tersebut dan senyawa lain yang ada pada cairan tersebut.

Pada proses peningkatan geraniol dengan metode distilasi vakum ini, tekanan operasi yang paling maksimum adalah pada tekanan 1 mbar dan temperatur didih otomatis terukur pada 72 °C, menghasilkan distilat sebanyak 128 .ml. Distilat (*citronellal*) yang dihasilkan berwarna bening dan kuning pucat yang memiliki

aroma sereh menyengat akan tetapi pedis.



Gambar 2. Hasil GC-MS Distilasi Vakum maksimum Pada Tekanan 1mbar

Gambar 2 menunjukkan grafik pemeriksaan GC-MS dari tekanan maksimum 1 mbar, Konsentrasi geraniol sebelum dan setelah dilakukan isolasi meningkat 50%. yaitu dari 20,32 % menjadi 80,11 %. Hal ini menunjukkan bahwa metode ini cukup efektif untuk meningkatkan konsentrasi geraniol pada *citronella oil*. Sementara proses isolasi ini juga menurunkan kadar *citronellal* sebesar 59,28 % menjadi 4,90 %. Konsentrasi *citronellal* menurun drastis dibanding dengan konsentrasi *citronellal* yang terkandung dalam minyak sereh murni, dikarenakan senyawa *citronellal* sudah berpindah (menguap) kedalam distilat karena pada dasarnya komponen dengan titik didih yang lebih rendah akan lebih cepat menguap dibanding titik didih yang lebih tinggi. Distilat yang diperoleh lebih banyak mengandung banyak senyawa yang lebih mudah menguap. Pada peak grafik 1mbar ditemukan nya adanya impurities yaitu fraksi fraksi lain seperti *citronellol*, *rhodinol* dan *cheptol*, senyawa senyawa ini adalah senyawa yang mempunyai titik didih disekitar senyawa komponen utama sehingga erat hubungan dan terikat kedalam bottom maupun distilat. Pengaruh tekanan terhadap konsentrasi geraniol ditunjukkan dalam Tabel 2.

Tabel. 2. Pengaruh tekanan terhadap konsentrasi geraniol

No.	Tekanan, mbar	Konsentrasi geraniol, %
1	8	57,39
2	6	64,82
3	4	66,44
4	2	79,76
5	1	80,11

Dapat dilihat dari Tabel 2 bahwa semakin kecil tekanan vakum maka semakin tinggi kadar konsentrasi geraniol yang dihasilkan, hal ini dikarenakan semakin kecil tekanan vakum yang digunakan, maka semakin kecil pula tekanan parsial sehingga daya dorong (*Driving Force*) juga akan tinggi yang nantinya akan berpengaruh pada laju penguapan yang menjadi cepat (terutama senyawa yang titik didihnya rendah seperti *Citronellal*, *linalool*, *limon*). Hal ini juga membenarkan teori dari hukum Boyle yang menyatakan bahwa semakin kecil tekanan vakum maka semakin besar daya hisap terhadap fraksi (senyawa) yang titik didih yang lebih rendah [10].

Pengaruh Tekanan Terhadap Volume

Pengaruh tekanan terhadap volume geraniol yang dihasilkan seperti diperlihatkan dalam Tabel 1 menunjukkan bahwa semakin kecil tekanan vakum maka volume geraniol yang dihasilkan semakin besar. Hal ini dapat dijelaskan berdasarkan hukum Boyle, yang menyatakan tekanan dan volume dari suatu gas adalah berbanding terbalik pada massa gas dan suhu yang konstan. Demikian juga sebaliknya dapat kita lihat juga pada tekanan vakum 8 mbar, dimana semakin besar tekanan vakum yang di setting maka semakin lama pula laju fraksionasi kedalam distilat. Peningkatan waktu hingga titik FBP akan memberikan pengaruh signifikan terhadap volume yang didapatkan.

Hasil Analisa Karakteristik Analisa indeks bias

Pengukuran indeks bias semua sampel menunjukkan nilai yang hampir sama. Dari semua sampel dapat dilihat bottom (less lingkaran merah) memiliki nilai indeks bias yang tinggi yaitu dengan nilai 1,4733 pada tekanan 2 mbar, dapat disimpulkan bahwa indeks bias geraniol yang ada pada Bottom rata-rata mencapai indeks bias dari literature yang ada yaitu 1.4710-1.4780 pada suhu 20°C. Dengan demikian, besar kecilnya tekanan vakum yang digunakan dalam proses vakum ini akan mempengaruhi hasil yang dihasilkan. Umumnya semakin besar tekanan vakum yang digunakan maka semakin kecil indeks bias yang dihasilkan. Hal ini disebabkan karena suhu yang tinggi dapat mengakibatkan komponen bahan banyak berubah atau terurai sehingga akan terdeteksinya banyak senyawa senyawa impurities lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Sarkic, A. and Stappen, I., 2018. *Essential Oils and Their Single Compounds in Cosmetics—a Critical Review*, Cosmetics, Vol. 5, No. 1, 11.
- [2] Dipahayu, D. and Arifiyana, D., 2019. *Book Kosmetika Bahan Alam: Buku Ajar Jilid 1*, Penerbit Graniti,
- [3] Miladinović, D.L., Ilić, B.S., Kocić, B.D., and Miladinović, M.D., 2014. *An in Vitro Antibacterial Study of Savory Essential Oil and Geraniol in Combination with Standard Antimicrobials*, Natural product communications, Vol. 9, No. 11, 1934578X1400901125.
- [4] Chen, W. and Viljoen, A.M., 2010. *Geraniol—a Review of a Commercially Important Fragrance*

- Material*, South African Journal of Botany, Vol. 76, No. 4, 643-651.
- [5] Lapczynski, A., Bhatia, S., Foxenberg, R., Letizia, C., and Api, A., 2008. *Fragrance Material Review on Geraniol*, Food and Chemical Toxicology, Vol. 46, No. 11, S160-S170.
- [6] Perez-Lewis, K.L. *et al.*, 2018. *Geraniol-Loaded Polymeric Nanoparticles Inhibit Enteric Pathogens on Spinach During Posttreatment Refrigerated and Temperature Abuse Storage*, Frontiers in Sustainable Food Systems, Vol. 2, 4.
- [7] Timung, R., Barik, C.R., Purohit, S., and Goud, V.V., 2016. *Composition and Anti-Bacterial Activity Analysis of Citronella Oil Obtained by Hydrodistillation: Process Optimization Study*, Industrial Crops and Products, Vol. 94, 178-188.
- [8] Eden, W., Alighiri, D., Cahyono, E., Supardi, K., and Wijayati, N. *Fractionation of Java Citronella Oil and Citronellal Purification by Batch Vacuum Fractional Distillation*, in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2018, Vol. 349, No. 1, IOP Publishing, 012067.
- [9] Astuti, W. and Putra, N.N., 2014. *Peningkatan Kadar Geraniol Dalam Minyak Sereh Wangi Dan Aplikasinya Sebagai Bio Additive Gasoline*, Jurnal Bahan Alam Terbarukan, Vol. 3, No. 1, 24-28.
- [10] Wijayanti, L.W., 2015. *Isolasi Sitronellal Dari Minyak Sereh Wangi (Cymbopogon Winterianus Jowit) Dengan Distilasi Fraksinasi Pengurangan Tekanan*, Jurnal Farmasi Sains dan Komunitas (Journal of Pharmaceutical Sciences and Community), Vol. 12, No. 1,