

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini bahan yang digunakan yaitu minyak kayu putih yang didapat dari pabrik minyak kayu putih Sendangmole Gunung Kidul. Sistem penyulingan dengan uap air banyak digunakan pada industri penyulingan minyak kayu putih skala besar, termasuk penyulingan di pabrik Sendangmole Gunung Kidul. Proses penyulingan dilakukan dengan 3 tahap yaitu, pembuatan uap, penyulingan daun, pendinginan dan pemisahan minyak dan air.

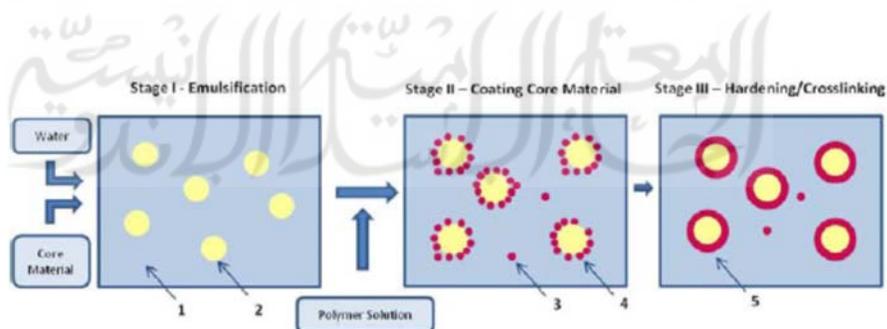
5.1 Mikroenkapsulasi minyak kayu putih dengan penyalut Gelatin-Gom Arab.

5.1.1 Mikroenkapsulasi dengan penyalut Gelatin-Gom Arab

Gelatin dan Gom Arab telah dipilih sebagai bahan penyalut minyak kayu putih yang berperan sebagai bahan inti. Dan digunakan air destilasi sebagai pelarut. Pada mikroenkapsulasi minyak kayu putih ini digunakan perbandingan bahan penyalut yang berbeda yaitu gom arab-gelatin (1:1; 1:2; 1:3; dan 1:4). Gelatin-Gom Arab digunakan sebagai bahan penyalut karena keduanya memiliki muatan yang berlawanan jika pH diatur dibawah titik isoelektriknya, titik isoelektrik dari gelatin yang digunakan ada disekitar pH 4,7 sampai 5,4. Dalam proses enkapsulasi ini gelatin bermuatan positif (kation) sedangkan gom arab bermuatan negatif (anion) sehingga dapat saling mengikat satu sama lain.

Koaservasi kompleks telah dipilih dalam penelitian ini, proses ini melibatkan daya tarik elektrostatik antara dua polimer yang berbeda muatan dengan mengubah pH sistem koloid penyalut. Gelatin dan Gom Arab ini dapat digunakan sebagai penyalut karena membentuk lapisan yang baik dan memiliki sifat fisikokimia yang ideal untuk mikroenkapsulasi secara koaservasi. Dalam proses ini digunakan Asam Asetat 1% untuk mengubah pH menjadi 4, gelatin melepaskan rantai amino dan menarik proton dari asam asetat sehingga muatannya menjadi positif.

Gliserol 1% telah digunakan sebagai bahan penaut silang yang baik selain formaldehid. Penggunaan bahan ini untuk memperkuat struktur dinding mikrokapsul. penambahan gliserol menyebabkan kenaikan pH pada mikrokapsulat. Oleh karena itu telah ditambahkan NaOH tetes demi tetes sampai pH menjadi 4,5. tahap akhir yaitu menurunkan suhu mikrokapsulat sampai 5°C dengan meletakkan gelas yang berisi mikrokapsulat kedalam wadah yang berisi es dan garam. Garam dicampurkan dalam es untuk membantu menurunkan suhu, sedangkan penurunan suhu ini berfungsi untuk mengerasakan dinding mikrokapsul yang terbentuk.



Gambar 4. Proses mikroenkapsulasi secara umum (soest 2007)

Keterangan :

- Air (1)
- Bahan inti (2)
- Polimer (3)
- Deposisi lapisan polimer pada bahan inti (4)
- Mikrokapsul (5)

Hasil mikroenkapsulasi minyak kayu putih disajikan dalam tabel sebagai berikut:

Tabel 2. Formulasi perlakuan produk enkapsulasi minyak kayu putih

Rasio	GA 10% (mL)	MKY (mL)	Gelatin 10% (mL)	aquades	pH	As. Asetat 1% (pH)
1:1	10	0,5	10	Sampai 200 ml	5,6	4
1:2	10	0,5	20		5,4	4
1:3	10	0,5	30		5,3	4
1:4	10	0,5	40		5,3	4

Keterangan:

- Gom arab (GA)
- Minyak kayu putih (MKY)

- Masing-masing perlakuan selama 30 menit pada suhu 45°C.

Tabel 3. Formulasi perlakuan produk enkapsulasi minyak kayu putih

Rasio	Suhu (°C)	pH	Gliserol 3% (pH)	NaOH 1%
1:1	5	4	4,3	4,5
1:2	5	4	4,3	4,5
1:3	5	4	4,3	4,5
1:4	5	4	4,4	4,5

Mikroenkapsulat atau emulsi yang dihasilkan melalui metode koaservasi pada suhu 45° dengan perbandingan 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4 masing-masing emulsi membentuk dua lapisan. Lapisan atas lebih bening sedangkan lapisan bawah lebih keruh dan sedikit menggumpal seperti gel berwarna putih kekuningan. Penurunan suhu menjadi 5°C membentuk emulsi menjadi lebih tercampur dan terjadi perubahan warna menjadi putih saat penambahan gliserol.

5.1.2 Pengeringan dengan metode *freeze drying*

Pengeringan dengan menggunakan isopropanol tidak menjadi pilihan karena enkapsulat terlalu kental dan mengandung gelatin sehingga sulit dalam penyaringan. Sedangkan pengeringan *spray drying* tidak dipilih karena menggunakan suhu yang tinggi untuk mengeringkannya sehingga *freeze drying* merupakan metode yang lebih baik dalam pengeringan mikrokapsul ini. Hasil enkapsulat dibagi dalam wadah kecil dan diisi hanya satu perempatnya saja untuk memudahkan proses pengeringan. Berikut merupakan hasil pengeringan beku atau *freeze drying* :



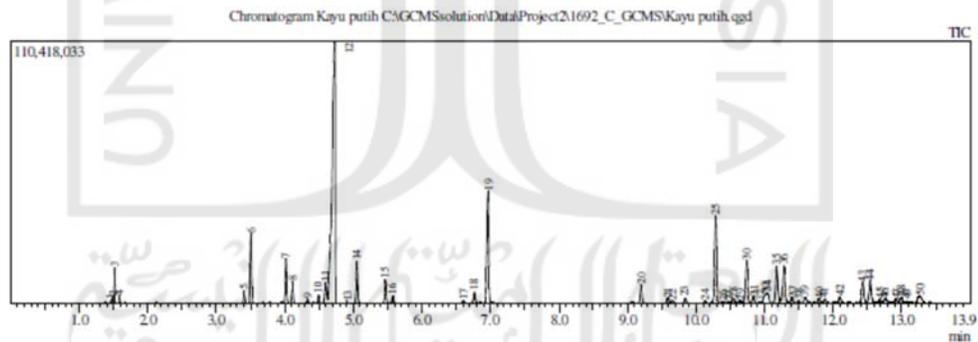
Gambar 5. Hasil pengeringan dengan metode *freeze drying*

Gambar diatas menunjukkan bentuk fisik mikrokapsul yang sudah melalui proses pengeringan, warna putih kekuningan, tekstur seperti serat. Hasil tidak berbentuk serbuk granul karena mengandung bahan gelatin dan gom arab.

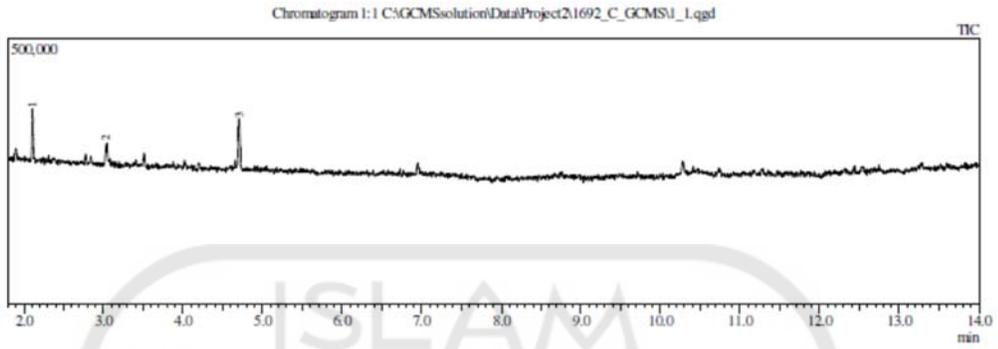
5.1.3 Analisis menggunakan Chromatography Gas – Mass Spectrometry (GC-MS)

Analisis dengan GC-MS bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa yang terkandung dalam sampel. Sampel yang dianalisis yaitu minyak kayu putih, mikroenkapsulat 1:1, 1:2, 1:3 dan 1:4 dalam bentuk cairan. Pemisahan ini dilakukan berdasarkan sifat kimia antar molekul dengan melewatkannya kedalam kolom. Untuk keluar dari kromatografi gas molekul-molekul tersebut memerlukan jumlah waktu yang berbeda (waktu retensi). Spektrometer massa dapat menangkap, mengionisasi, mempercepat, membelokkan, dan mendeteksi molekul terionisasi secara terpisah. Spektrometer massa memecah masing-masing molekul terionisasi dan mendeteksi fragmen menggunakan massa untuk mengisi rasio.

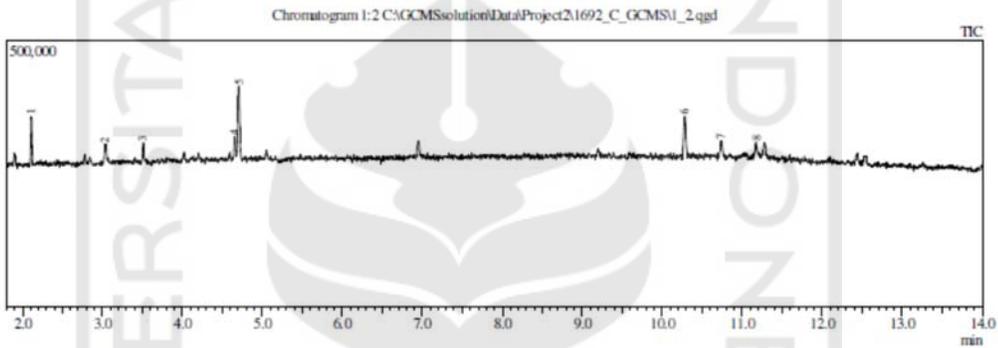
Hasil kromatogram dari sampel minyak kayu putih dan mikroenkapsulat minyak kayu putih dengan perbandingan gom arab-gelatin 1:1, 1:2, 1:3, dan 1:4 ditunjukkan oleh gambar berikut :



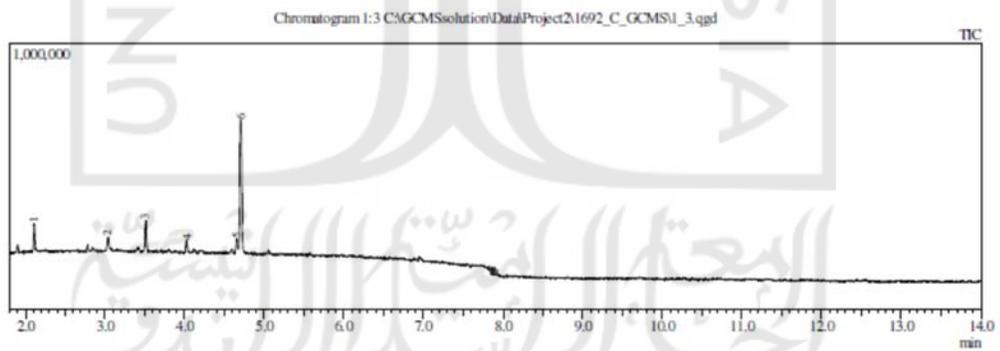
(a)



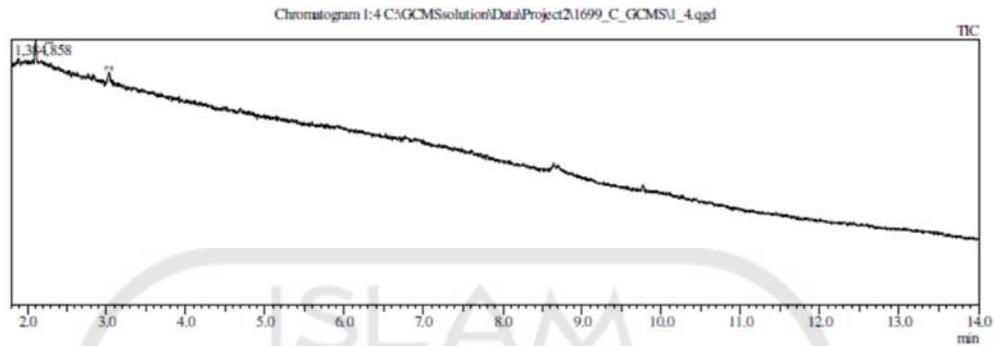
(b)



(c)



(d)



(e)

Gambar 5 Kromatogram analisis GC-MS

- (a) Kromatogram minyak kayu putih, (b) kromatogram mikroenkapsulat 1:1, (c) kromatogram mikroenkapsulat 1:2, (d) kromatogram mikroenkapsulat 1:3, (e) kromatogram mikroenkapsulat 1:4.

Hasil analisis menggunakan kromatografi gas menunjukkan banyaknya senyawa yang terkandung dalam sampel minyak maupun mikroenkapsulat perbandingan 1:1; 1:2; 1:3; 1:4 harusnya tidak jauh berbeda. Namun dari data kromatogram minyak kayu putih pada gambar 5.3 a diperoleh 50 puncak senyawa dengan kandungan paling besar ditunjukkan oleh senyawa puncak ke 12 yaitu senyawa *1,8 cineole* dan puncak ke 19 yaitu senyawa *alpha terpineol*. Menurut (Doran *et al.*, 1997) *1,8 cineol* dan *alpha-terpineol* merupakan senyawa yang mengandung obat serta bagus digunakan untuk antiseptik dan obat penolak serangga dan merupakan unsur pokok bahan aktif yang terkandung di dalam minyak kayuputih. Dari data spectrogram didapatkan pola fragmentasi dari masing-masing senyawa.

Gambar 5.3 b,c,d,e merupakan kromatogram hasil enkapsulasi minyak kayu putih dengan gelatin dan gom arab. Gambar 5.3 b adalah kromatogram pada enkapsulat minyak kayu putih dengan perbandingan gom arab-gelatin 1:1, di dapat

tiga puncak senyawa yang terkandung yaitu: *benzene*, *(1,3,5,7) cyclooctatetraene*, *1,8 cineole*.

Gambar 5.3 c adalah kromatogram pada enkapsulat minyak kayu putih dengan perbandingan gom arab-gelatin 1:2. Diperoleh 8 puncak senyawa yaitu : *benzene*, *2-propenoic acid*, *alpha pinene*, *1-limonene*, *1,8 cineole*, *trans caryophyllene*, *alpha-humulene*, *germacrene*.

Gambar 5.3 d adalah kromatogram pada enkapsulat minyak kayu putih dengan perbandingan gom arab-gelatin 1:3. Diperoleh 6 puncak senyawa yaitu: *benzene*, *(1,3,5,7) cyclooctatetraene*, *alpha-pinene*, *linalyl acetate*, *1-limonene*, dan *1,8 cineole*.

Gambar 5.3 e adalah kromatogram pada enkapsulat minyak kayu putih dengan perbandingan gom arab-gelatin 1:4. Diperoleh hanya 2 senyawa yaitu: *benzene* dan *(1,3,5,7) cyclooctatetraene*. Perbandingan senyawa yang muncul pada minyak kayu putih dan enkapsulat disajikan dalam tabel dibawah ini :

Tabel 4. Senyawa yang terkandung dalam minyak kayu putih

Minyak kayu putih	Area	mikroenkapsulat			
		1:1	1:2	1:3	1:4
Pentane	1071396				
Pentane	2236396				
Hexane	11152318				
Cyclopentane	2478248				

l-Phellandrene	6656328				
Alpha.-pinene	39688232		o		
l.-beta.-Pinene	28357772				
beta.-Myrcene	12755769				
l-Phellandrene	2225172				
Alpha-terpinolene	6071110				
Benzene	19398898	o	o	o	o
1,8-Cineole	345718448	o		o	
2-Pyridinepropanoic acid	1598448				
gamma.-Terpinene	27183115				
Alpha-terpinolene	15401777				
Linalool	4403560				
3-Cyclohexene-1-methanol	1994766				
3-Cyclohexen-1-ol	8568900				
4-Carvomenthenol	93378312				
Alpha-terpineol	13758933				
1-P-menthen -8-yl acetate	3602697				
alpha.-Ylangene	2565630				
alpha.-Copaene	3601844				
beta.-Elemene	1360267				
Minyak kayu putih	Area	mikroenkapsulat			
		1:1	1:2	1:3	1:4
alpha.-Gurjunene	72546645				

Trans (.beta.)-caryophyllene	1045653		o		
Germacrene	1071961		o		
alpha.-Guaiene	3999522				
Alloaromadendrene	1949462				
isolekene	37315474				
alpha.-Humulene	5733188		o		
Alloaromadendrene	1072345				
Bicyclo	10625688				
alpha.-Gurjunene	7747310				
alpha.-Amorphene	35591458				
beta.-Selinene	35262056				
alpha.-selinene	4711214				
delta.-Cadinene	1919495				
gamma.-Cadinene	6264735				
delta.-Cadinene	3023327				
Beta.-guaiene	3168349				
Selina-3,7(11)-diene	5419874				
Germacrene B	17834796				
Alloaromadendrene	20629544				
Ledene	2947640				
Alloaromadendrene	3668441				
Caryophyllene oxide	4035544				
Beta.-guaiene	5405957				
Torreyol	1378492				

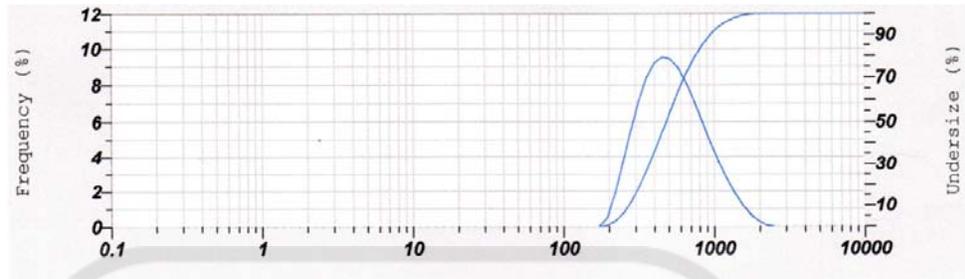
alpha.-selinene	10569306				
-----------------	----------	--	--	--	--

Hasil kromatogram menunjukkan bahwa pada mikrokapsul dengan perbandingan 1:2 memiliki lebih banyak senyawa yang terdeteksi dibandingkan dengan yang lainnya. meskipun begitu jumlah yang terkandung dalam senyawa tersebut mengalami penurunan, hal itu bisa terjadi pada saat proses mikroenkapsulasi. faktor-faktor yang mungkin terjadi pada saat proses mikroenkapsulasi yang menyebabkan penurunan kadar senyawa, yaitu terjadinya penguapan atau oksidasi terhadap bahan inti yang bersifat volatil saat proses pemanasan dan pengadukan.

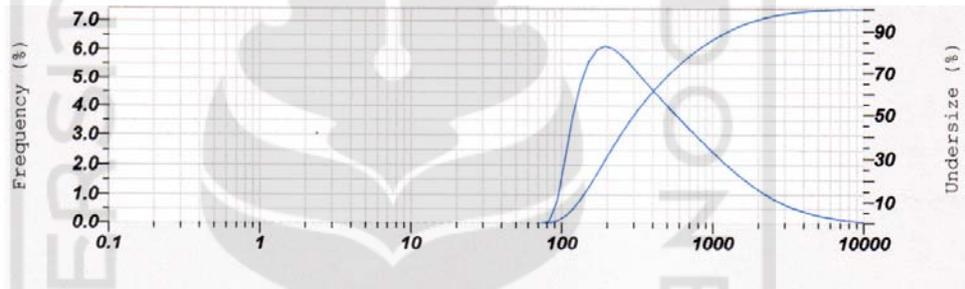
5.1.4 Analisis menggunakan PSA (*Particle Size Analyzer*)

Dengan berkembangnya ilmu pengetahuan dalam bidang nanoteknologi, para peneliti mulai menggunakan metode *laser diffraction* (LAS). metode ini menjadi prinsip dasar dalam instrumen *Particle Size Analyzer*. Alat ini digunakan untuk mengetahui ukuran dari suatu partikel yang terdapat dalam sampel padat maupun cair.

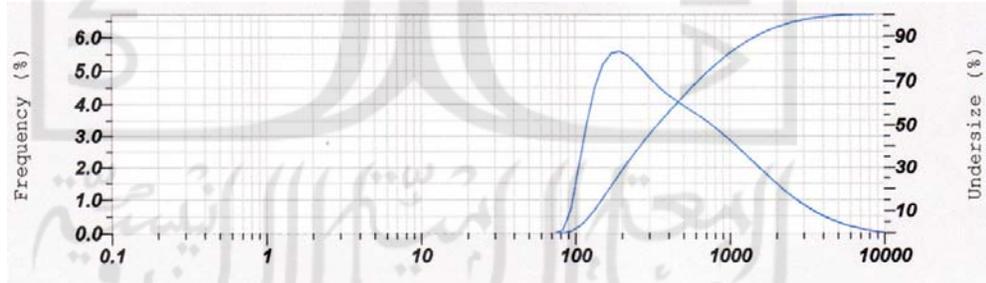
Hasil analisis ukuran partikel dari mikrokapsul dengan perbandingan gom arab : gelatin ditunjukkan pada grafik dan tabel berikut :



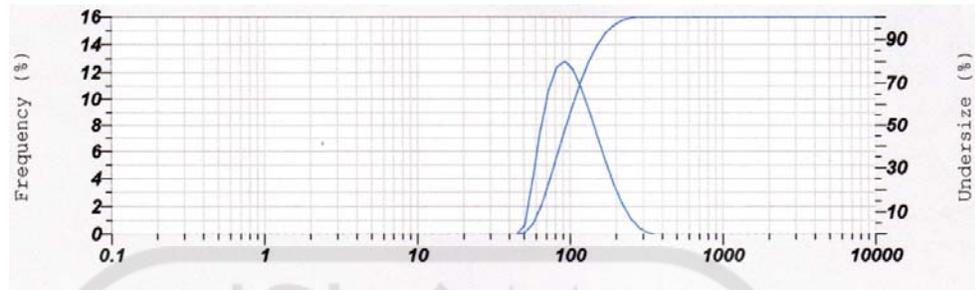
(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 6. Hasil analisis produk mikrokapsul menggunakan PSA

(a) Grafik hasil analisis PSA dengan perbandingan 1:1, (b) Grafik hasil analisis PSA dengan perbandingan 1:2, (c) Grafik hasil analisis PSA dengan perbandingan 1:3, (d) Grafik hasil analisis PSA dengan perbandingan 1:1.

Tabel 5. Nilai Z-Average dan PI pada hasil analisis dengan PSA

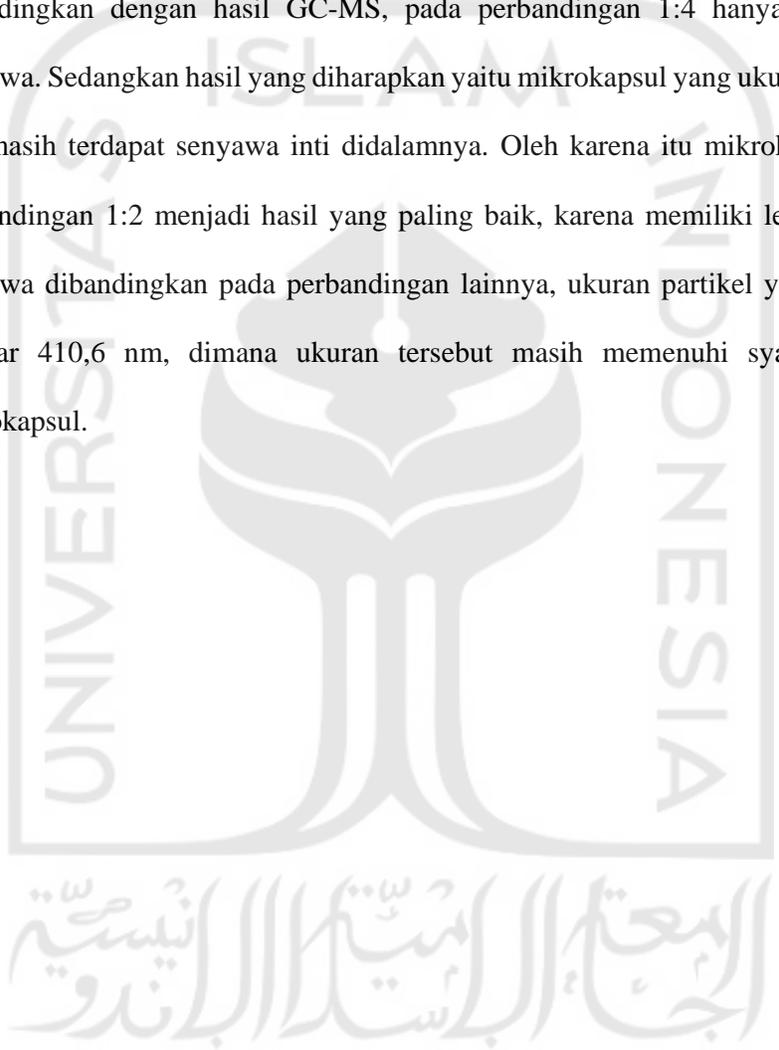
Produk mikrokapsul	Z-Average (nm)	PI
1:1	300,9	0,386
1:2	410,6	0,585
1:3	445,6	0,607
1:4	202,1	0,412

Dari gambar dan tabel diatas dihasilkan nilai PI (Polydispersity Index) yaitu besarnya jarak distribusi ukuran partikel. Polydispersity menunjukkan bahwa jarak distribusi dari sampel tersebut lebar dan memiliki puncak lebih dari satu, ukuran partikelnya beragam atau heterogen.

Z-Average yaitu diameter partikel rata-rata, semakin sempit kurva yang terbentuk maka hasilnya semakin bagus. Dari hasil analisis diatas menunjukkan

bahwa ukuran rata-rata yang paling baik terdapat pada mikrokapsul perbandingan 1:4 dengan Z-Average 202,1 nm dengan nilai PI 0,412.

Pada hasil pengukuran partikel sudah sesuai harapan hanya saja jika dibandingkan dengan hasil GC-MS, pada perbandingan 1:4 hanya muncul 2 senyawa. Sedangkan hasil yang diharapkan yaitu mikrokapsul yang ukurannya baik dan masih terdapat senyawa inti didalamnya. Oleh karena itu mikrokapsul pada perbandingan 1:2 menjadi hasil yang paling baik, karena memiliki lebih banyak senyawa dibandingkan pada perbandingan lainnya, ukuran partikel yang didapat sebesar 410,6 nm, dimana ukuran tersebut masih memenuhi syarat ukuran mikrokapsul.



UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
الجامعة الإسلامية الإندونيسية