

**Pemisahan vanilin daripada lignin yang diekstrak daripada likuor
hitam tandan kelapa sawit kosong**

Oleh: Norliyana binti Mohd Salleh

ABSTRAK

Kajian ini dijalankan untuk memisahkan komponen vanilin daripada lignin yang telah diekstrak daripada likuor hitam tandan kelapa sawit kosong menggunakan asid sulfurik 20 %. Pengoksidaan nitrobenzena digunakan untuk memecahkan komponen dalam lignin sebelum penganalisan dilakukan. Proses ini dijalankan dengan menambahkan NaOH 2M dan larutan nitrobenzena lalu dipanaskan pada suhu 165 °C selama 3 jam di dalam bom keluli. Penganalisan peratus komponen vanilin dalam lignin dijalankan menggunakan kromatografi cecair berprestasi tinggi (HPLC). Keputusan penganalisan HPLC menunjukkan peratus komponen vanilin dalam lignin ialah 1.6 %. Proses pemisahan komponen vanilin pula dijalankan menggunakan kaedah kromatografi lapisan nipis (TLC) dan proses penghabluran semula. Mendakan yang terhasil pada proses penghabluran semula dikaji strukturnya menggunakan spektroskopi infra merah (FT-IR) dan spektroskopi resonans magnet nukleus (^{13}C -NMR), manakala pengenapastian komponennya ditentukan melalui kromatografi cecair berprestasi tinggi (HPLC). Keputusan analisis yang dijalankan mendapati bahawa mendakan yang terhasil daripada proses penghabluran semula ialah vanilin.

Kata kunci : tandan kelapa sawit kosong, likuor hitam, lignin, vanilin, proses penghabluran semula

SUMBER ALTERNATIF VANILA

DR. MOHAMAD NASIR BIN MOHAMAD IBRAHIM & NORLIYANA BINTI MOHD. SALLEH
PUSAT PENGAJIAN SAINS KIMIA, USM

SERINGKALI kita melihat ibu di rumah membuat kuih-muih menggunakan pelbagai jenis perisa dalam masakannya. Pelbagai perisa boleh dipilih di pasaran untuk melazatkan sajian. Salah satu perisa yang boleh dianggap popular ialah vanila. Malah vanila seolah-olah menjadi bahan tambahan wajib semasa menyediakan kuih-muih terutamanya di musim perayaan tidak kira kuih tradisional mahupun moden. Penambahan perisa vanila bukan sahaja dapat memberikan keenakan pada makanan tersebut, bahkan memberi aroma yang menyelerakan. Tidak hairanlah jika Syarikat Coca-Cola antara pelanggan terbesar vanila sejak mula beroperasi. Dan kini ditambah pula dengan pengenalan produk terbaru mereka iaitu Coca-Cola berperisa vanila sekali gus meningkatkan lagi permintaan vanila dunia.

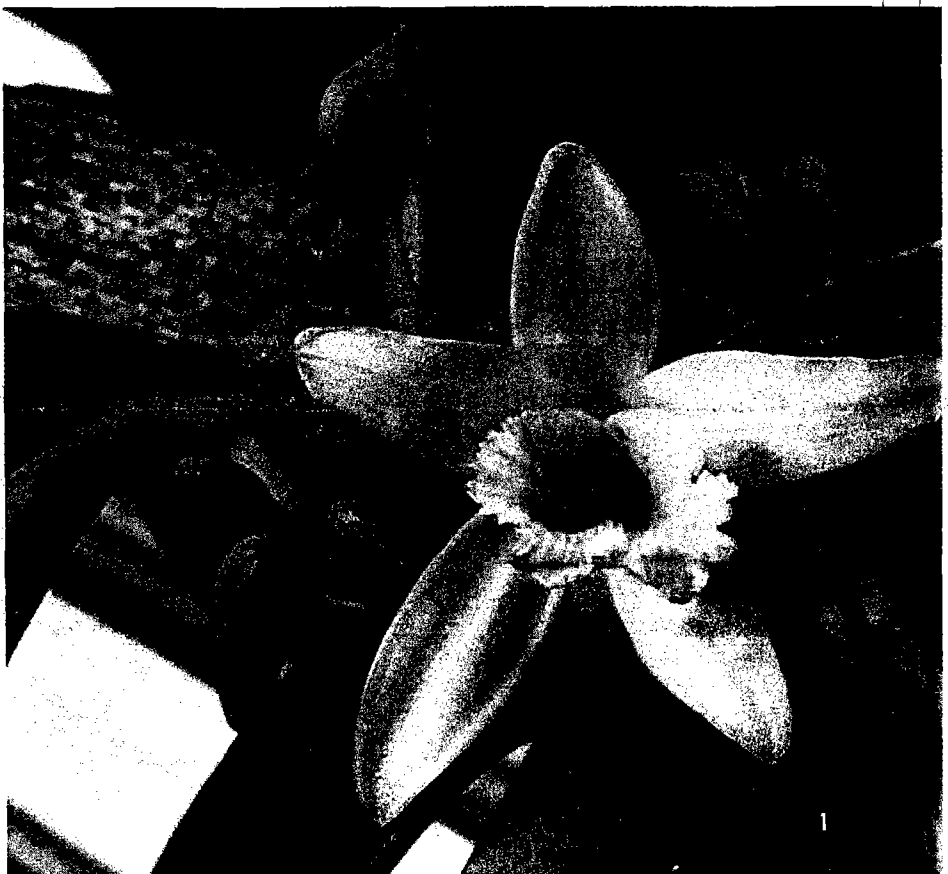
Suatu masa dahulu, kaum Totonac di Mexico terkenal dengan penghasilan vanila yang terkemuka di dunia. Sehingga pada kurun ke-19 orang Perancis di Mexico mula mempelajari cara pengebungan bunga dan bagaimana untuk menghasilkan vanila daripada kaum Totonac ini. Vanila sebenarnya berasal daripada orkid vanila atau nama saintifiknya *Vanilla planifolia* iaitu sejenis orkid tropika yang tumbuh menjalar pada pokok lain atau pancang kayu. Pokok ini boleh menjalar sehingga lima meter panjang. Kekacang vanila yang terdapat pada spesies orkid tersebut diasing dan dijemur di bawah cahaya matahari atau dikeringkan di dalam ketuhar.

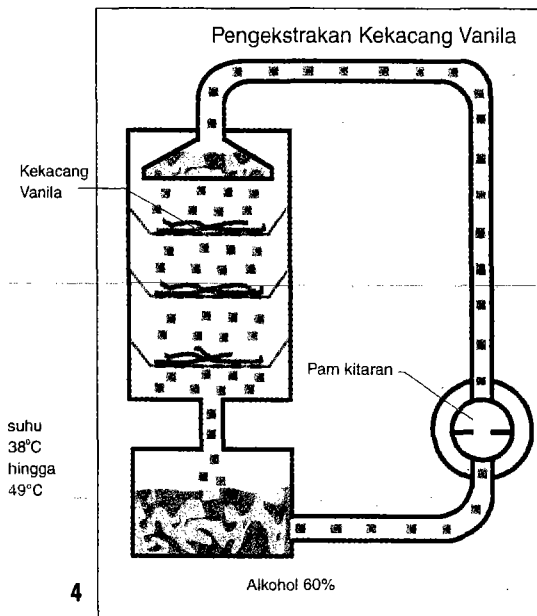
Biasanya kekacang yang dikira sesuai untuk penghasilan vanila ini bersaiz antara

12 hingga 15 cm panjang. Setelah benar-benar kering, vanila kemudiannya diekstrak dengan memotong kekacang tersebut pada saiz yang lebih kecil dan direndam dalam alkohol panas yang berkepekatan antara 65 hingga 70%.

Vanila mula diekstrak daripada kekacang vanila secara moden oleh saintis

Mexico pada tahun 1858. Namun, pada tahun 1874, vanila diekstrak daripada glukosida getah pokok pain disebabkan kegawatan ekonomi ketika itu. Kegawatan ekonomi yang melanda pada masa itu menyebabkan tanaman orkid vanila tidak dapat diusahakan secara efektif.





1. Vanilla sebenarnya berasal daripada orkid vanilla atau nama saintifiknya *Vanilla planifolia* iaitu sejenis orkid tropika yang tumbuh menjalar pada pokok lain atau pancang kayu.
2. Bom keluli yang digunakan dalam pengoksidaan nitrobenzena
3. Corong pemisah untuk mengasingkan nitrobenzena daripada hasil oksida
4. Pengekstrakan vanilla pada peringkat perkolasi

Sebatian lignin boleh dipecahkan melalui proses pengoksidaan nitrobenzena. Ini disebabkan, lignin merupakan suatu polimer yang mempunyai struktur makromolekul yang kompleks dan sukar dianalisis secara terus. Kaedah pengoksidaan nitrobenzena ini sebenarnya telah diperkenalkan oleh Freudenberg pada tahun 1939. Tujuan pengoksidaan nitrobenzena ialah memecahkan struktur makromolekul yang kompleks kepada molekul yang lebih ringkas sekali gus memudahkan proses penganalisan sesuatu komponen.

Antara langkah yang perlu dilakukan ialah lignin perlu dimasak dengan mencampurkannya bersama natrium hidroksida dan nitrobenzena di dalam bom keluli. Bom keluli itu kemudiannya direndam dalam minyak silikon pada suhu 170°C selama 2.30 jam. Setelah pemanasan tamat, bom keluli dikeluarkan dan disejukkan pada suhu bilik. Kemudian, campuran oksida dipindahkan ke dalam corong pemisah dan diekstrak dengan kloroform secara berterusan selama empat jam. Langkah ini bertujuan mengasingkan nitrobenzena daripada hasil oksida.

Campuran tadi kemudiannya diasidkan kepada pH 3 hingga 4 menggunakan asid

hidroklorik pekat. Akhirnya, kloroform dikeluarkan daripada corong pemisah dan disejatkan pada suhu 40°C menggunakan pemerup berputar. Seterusnya, hasil oksida yang berkeadaan cecair ini akan dilakukan ke dalam turus kromatografi. Untuk memastikan pemisahan yang baik, turus perlu dibasahkan dengan fasa gerak secara berterusan.

Hasil Kajian

Hasil yang bakal diperoleh melalui kajian ini ialah hablur berwarna krim keputihan yang mempunyai takat didih antara 81 hingga 83°C sama seperti serbuk vanilla yang berada di pasaran. Ia juga mempunyai struktur molekul yang sama iaitu $C_8H_8O_3$ dan sudah pasti aromanya juga sama. Tetapi kuantiti vanilla yang dihasilkan daripada lignin agak sedikit berbanding vanilla yang dihasilkan melalui pengekstrakan kekacang vanilla. Ini disebabkan walaupun vanilin merupakan komponen utama dalam lignin, namun terdapat beberapa pecahan komponen lain seperti asid p-koumarik, 4-hidroksibenzaldehid, siringaldehid, asid vanilik dan sebagainya yang perlu diasingkan sebelum vanilla asli dapat dihasilkan. Tambahan pula vanilla ini dihasilkan daripada sisa buangan industri pertanian yang ketika ini dibuat begitu sahaja.

Kajian ini diharapkan mendapat perhatian daripada masyarakat luar terutamanya pihak industri ketika kerajaan sedang berusaha bersungguh-sungguh memartabatkan industri pertanian di negara ini. Peruntukan yang besar kepada Kementerian Pertanian dan Industri Asas Tani dalam Bajet 2004 yang lepas serta kesediaan pihak kerajaan menimbangkan penubuhan universiti perladangan swasta baru-baru ini merupakan langkah proaktif ke arah ini.

semula sisa buangan kelapa sawit untuk penghasilan bahan baru yang lebih bernilai, kajian ini juga bakal membantu industri perladangan dalam melupuskan sisa pepejal mereka.

Kaedah Pengasingan Vanilin

Pengasingan vanilin boleh dilakukan dengan menggunakan kaedah turus kromatografi berdasarkan sifat kepolaran komponen yang ingin dipisahkan dalam lignin. Pemisahan ini dapat dilakukan dengan bantuan bahan pejal seperti gel silika untuk memisahkan komponen yang terdapat dalam lignin secara individu. Dalam kaedah ini fasa gerak yang sesuai iaitu campuran larutan dapat menggerakkan komponen lignin yang telah dipisahkan terlebih dahulu akan digunakan.

Glosari:

Ikatan kovalen

(covalent bound) : Satu ikatan kimia yang kuat terbentuk antara dua atom berasingan secara perkongsian elektron bagi mencapai konfigurasi elektron yang lengkap.

Ikatan hidrogen

(hydrogen bound) : Ikatan kimia

Elektronegatif

(electronegative) : Kecenderungan sesuatu atom untuk menarik elektron daripada atom yang lain.

Kohesi (cohesion)

: Merupakan satu daya yang memegang atau menarik molekul berkutub daripada bahan yang serupa. Contohnya antara molekul air sesama sendiri.

Adhesi

: Satu daya yang memegang atau menarik molekul berkutub dari bahan yang berlainan.

Transpirasi (transpiration):

Satu proses fisiologi tumbuh-tumbuhan di mana kehilangan wap air berlaku melalui permukaan daun atau liang stomata.

Tegangan permukaan

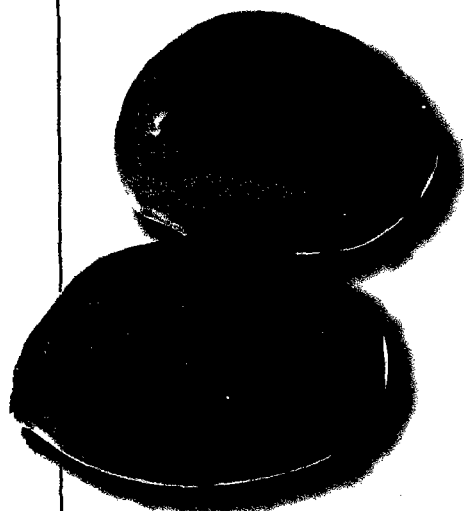
(surface tension) : Satu ukuran bagaimana sukarnya untuk memecahkan lapisan sesuatu permukaan.

Konfigurasi elektron

(electron configuration) : Susunan elektron dalam orbital atom.

Minyak Wangi daripada Sawit

Oleh DR. MOHAMAD NASIR MOHAMAD
IBRAHIM dan FARAYUSNIDA KHAIRUDDIN



MINYAKwangi ialah campuran minyak pati, sebatian aromatik, penguat dan pelarut yang memberikan bau yang menyenangkan pada tubuh badan, objek dan benda hidup. Jenis dan kuantiti sesuatu pelarut yang bercampur dengan minyak pati pula menentukan jenis sesuatu minyak wangi itu sama ada ekstrak minyak wangi. Umumnya, minyak pati ialah bahan utama dalam penyediaan minyak wangi dan ia diperolehi daripada bahan semula jadi.

Dahulu, bahan yang digunakan untuk membuatnya ialah damar, kulit kayu manis, herba, gambir, lada hitam, kapur barus, kopi serta tebu. Pemburuan pengusaha minyak wangi terhadap sumber untuk dijadikan ramuan membuat minyak wangi menyebabkan permintaan dunia yang tinggi terhadap bahan semula jadi ini.

Peredaran zaman memperlihatkan lambakan minyak wangi terutama dari luar negara dalam pasaran tempatan. Terdapat empat jenis minyak wangi dan setiap minyak dibezakan berdasarkan peratusan sebatian aromatik yang terkandung di dalamnya.

Jenis minyak wangi tersebut adalah ekstrak minyak wangi yang mengandungi

20 peratus hingga 40 peratus sebatian aromatik dan Eau de Parfume (EDP) yang mengandungi 10 peratus hingga 30 peratus ekstrak sebatian aromatik. Eau de Toilette (EDT) pula mengandungi 5 peratus hingga 20 peratus ekstrak sebatian aromatik manakala Eau de Colognes (EDC) pula mengandungi 2 peratus hingga 3 peratus ekstrak sebatian aromatik.

Selain menentukan jenis sesuatu minyak wangi, kuantiti sebatian aromatik dalam minyak wangi menentukan tempoh masa aroma sesuatu minyak wangi mampu bertahan. Aroma ekstrak minyak wangi mampu bertahan paling lama sehingga 60 jam manakala EDC hanya mampu bertahan dua jam. Oleh itu, pengguna boleh memilih jenis minyak wangi yang mana satu sebagai pilihan mereka.

Kepelbagaian minyak wangi di pasaran mendorong pengguna bersifat selektif

dengan memilih minyak wangi yang berjenama sahaja, sedangkan hakikatnya kesesuaian sesuatu haruman terletak pada kombinasi haruman tersebut dengan bau badan seseorang. Justeru sebagai pengguna yang bijak, kita wajar memilih jenis minyak wangi yang benar-benar sesuai dengan diri kita mengatasi jenama sesuatu produk.

Minyak wangi boleh diklasifikasikan kepada tujuh famili olfaktif, iaitu famili bunga, chrype (bau-bauan bersumberkan shrubs, oakmoss dan labdanum), sitrus, herba, tumbuhan berkayu, patchouli (berbau manis dan pedas) dan vanilla seperti yang dijangka.

Famili bunga ialah bau-bauan daripada bunga. Lazimnya, bunga yang sering digunakan ialah mawar kerana baunya harum dan sesuai digunakan dalam apa-apa jua keadaan. Contohnya, air mawar yang dihasilkan oleh Syarikat Mustika Ratu

Pelbagai jenis minyak wangi di pasaran.



penyulingan dengan pelarut. Seterusnya, larutan ini dipanaskan sehingga bau yang dikehendaki keluar daripada bahan tersebut dan dikumpulkan melalui proses kondensasi penyulingan wap. Dalam hal ini, pelarut berfungsi mengekalkan bau agar tidak hilang di samping mengumpul minyak pati.

Seterusnya ialah kaedah pengekstrakan pelarut. Kaedah ini sering digunakan dalam industri minyak wangi sekarang kerana ia lebih ekonomik. Bahan semula jadi seperti kulit kayu manis, bunga cengkih, bunga mawar atau lavender direndam ke dalam pelarut yang boleh melarutkan sebatian aromatik dari beberapa hari hingga ke beberapa tahun. Tahap kewangian sesuatu minyak wangi bergantung pada kuantiti sebatian aromatik yang terhasil dan tempoh masa rendaman. Kaedah ini sesuai untuk mengekstrak minyak pati yang mudah meruap apabila disuling. Justeru untuk mengatasi masalah ini, pelarut biasa digunakan ialah etanol, heksana dan dimetil eter.

Kaedah seterusnya ialah proses pemampatan. Melalui kaedah ini, bahan-bahan semula jadi diperah dan dimampatkan ke dalam suatu bekas dan minyak pati yang terkeluar dikumpulkan. Kaedah ini sesuai digunakan untuk pengekstrakan minyak pati famili sitrus. Kaedah ini berupaya mengumpulkan minyak pati dalam kuantiti yang besar.

Penyediaan Minyak Wangi Menggunakan Sisa Kelapa Sawit

Di Universiti Sains Malaysia, kajian tentang aplikasi vanilin dalam pembuatan minyak wangi sedang giat dijalankan. Vanilin ataupun 4-hidroksi-3-metoksibenzaldehid ialah komponen major dalam vanilla semula jadi. Oleh itu, ia mempunyai bau yang hampir sama dengan vanilla yang diekstrak daripada orkid vanilla. Sumber vanilin yang digunakan adalah daripada sisa buangan tandan kelapa sawit kosong (TKSK).

Peningkatan luas penanaman kelapa sawit dan peningkatan penggunaan bahan mentah kelapa sawit sudah pasti

membawa kepada peningkatan hasil bahan buangannya. Oleh itu, pelbagai inisiatif diambil untuk menggunakan semula sisa buangan ini agar bukan sahaja produk baharu terhasil malah pada waktu yang sama masalah lambakan bahan buangan kelapa sawit juga dapat diatasi.

Dalam kajian ini, vanilin diperolehi daripada lignin tandan kelapa sawit kosong setelah melalui proses tertentu. Lignin ialah bahan organik yang berwarna perang yang diperolehi daripada struktur tumbuhan seperti kulit, batang dan tisu-tisu. Lignin yang diperolehi daripada tandan kelapa sawit kosong akan melalui tindak balas pengoksidaan nitrobenzena. Langkah ini bertujuan memecahkan struktur makro molekul lignin kepada molekul yang lebih ringkas. Hasil pengoksidaan ini mendapati bahawa vanilin merupakan komponen utama dalam lignin.

Seterusnya, hasil pengoksidaan ini akan melalui proses penyulingan berperingkat untuk mendapatkan komponen vanilin yang benar-benar tulen. Komponen vanilin yang diasingkan berpotensi untuk dijadikan minyak wangi memandangkan ia mempunyai aroma yang menyenangkan.

Cecair tulen vanilin yang diperolehi dicampurkan dengan etanol ataupun alkohol denat. Alkohol denat ialah etanol yang tidak tulen. Ia tidak digunakan dalam pembuatan minuman keras tetapi amat berguna dalam proses berskala industri. Etanol dipilih sebagai pelarut kerana ia mudah larut

dalam air dalam semua nisbah. Etanol adalah pelarut yang baik kerana ia kurang berkutub daripada air. Langkah seterusnya ialah menambahkan a suling dengan nisbah tertentu dan campuran dikacau perlahan-lahan sehingga seba i.

Seterusnya, bahan penguat perlu ditambahkan agar bau yang dihasilkan tahan lama. Bahan penguat adalah bahan semula jadi ataupun sintetik yang digunakan untuk mengurangkan kadar penyejatan, meningkatkan kekuatan bau dan memperbaiki kestabilan minyak wangi apabila ditambah banyak sebatian yang mudah meruap. Contoh bahan penguat yang selalu digunakan ialah kayu cendana, akar bunga Iris atau musk (aroma yang dikeluarkan oleh kelejar perut rusa jantan yang tidak bertanduk).

Kalaulah pokok kelapa mendapat jolokan pokok 1001 kegunaan, begitu juga halnya dengan pokok kelapa sawit yang tidak kurang hebatnya. TKSK yang berguna dalam industri pembuatan kertas, pembuatan bumbung dan pasu bunga melengkapkan lagi senarai kegunaan pokok istimewa ini apabila penemuan terkini, iaitu minyak wangi daripada bahan buangan kelapa sawit ditemui. Dengan penemuan terkini, iaitu penghasilan minyak wangi daripada bahan buangan kelapa sawit, maka ia melengkapkan lagi kegunaan pokok istimewa ini. ■

