

KAJIAN PENGARUH RASIO REFLUKS TERHADAP KARAKTERISTIK MINYAK NILAM HASIL DISTILASI FRAKSINASI

Study on Effect of Reflux Ratios on Patchouli Oil Properties Produced by Fractional Distillation

Rifki Amrullah¹⁾, Sarifah Nurjanah²⁾, Asri Widyasanti²⁾, dan Mimin Muhaemin²⁾

¹⁾Alumnus Departemen Teknik Pertanian dan Biosistem, Universitas Padjadjaran

²⁾Staff Departemen Teknik Pertanian dan Biosistem, Universitas Padjadjaran

Jl. Raya Bandung Sumedang KM 21, Jatinangor 40600

E-mail: rifki.aamrullah@gmail.com

ABSTRAK

Minyak nilam yang diproduksi oleh petani lokal umumnya masih memiliki mutu rendah yang disebabkan oleh proses penyulingan yang relatif singkat serta masih menggunakan metode dan peralatan yang sederhana. Rasio refluks pada distilasi fraksinasi dapat digunakan sebagai perlakuan untuk meningkatkan mutu minyak nilam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh dari rasio refluks terhadap mutu dan karakteristik minyak nilam hasil distilasi fraksinasi serta kondisi proses yang terjadi. Metode penelitian yang digunakan adalah metode eksperimen dengan analisis deskriptif. Penelitian ini dilakukan dengan tiga variabel penelitian yaitu rasio refluks (20:1), (30:1), dan (40:1) dengan pengulangan sebanyak tiga kali, serta diatur untuk menghasilkan 3 fraksi (*cut*) pada masing-masing variabel penelitian. Parameter yang diukur meliputi rendemen proses, kadar *patchouli alcohol*, warna, bobot jenis, indeks bias, bilangan asam, dan kelarutan dalam etanol 90%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa rasio refluks tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap karakteristik minyak nilam yang dihasilkan pada *cut* yang sama, kecuali pada nilai bilangan asam. Rasio refluks (20:1) sudah cukup baik dalam menghasilkan mutu minyak nilam, khususnya pada *cut* 3 karena memiliki kadar *patchouli alcohol* yang tinggi sebesar 85,39%, serta memiliki kondisi proses paling efisien karena memiliki waktu proses paling singkat, yaitu 13,28 jam serta menghasilkan rendemen tertinggi sebesar 95%.

Kata Kunci: distilasi fraksinasi, minyak nilam, rasio refluks

ABSTRACT

Patchouli oil produced by local farmers commonly has low quality caused by relatively short distillation process and still use simple methods and equipments. Reflux ratio in fractional distillation can be used as treatment to increase patchouli oil quality. This study aimed to know the effect of reflux ratio on patchouli oil quality and properties also the conditions that being occurred during process. The method used in this study was experimental method with descriptive analysis. This research was conducted with three variables, which were reflux ratio (20:1), (30:1), and (40:1), then repeated three times and controlled to produce three fractions (cuts) in each variable. The parameters measured were yield, patchouli alcohol content, color, specific gravity, refractive index, acid number, and solubility in 90% ethanol. The result showed that reflux ratios had no significant effect on the characteristics of patchouli oil which produced in the same cut, except in acid number. Reflux ratio (20:1) was quite good in improving patchouli alcohol quality, especially in cut 3 because it had high patchouli oil content which was 85,39%, also gave the most efficient process condition because of the shorthest total process time, which was 13,28 hours and produced the highest yield, which was 95%.

Keywords: fractional distillation, patchouli oil, reflux ratio

Diterima : 20 September 2017 ; Disetujui : 5 Oktober 2017; Online Published : 26 Oktober 2017

DOI : 10.24198/jt.vol11n2.8

PENDAHULUAN

Minyak nilam merupakan salah satu jenis minyak atsiri yang menjadi komoditas ekspor non migas Indonesia yang mampu menghasilkan devisa negara. Indonesia menyuplai sekitar 90% kebutuhan minyak nilam dunia (Rukmana, 2004). Namun demikian, minyak nilam yang dihasilkan oleh petani di Indonesia umumnya masih memiliki kualitas yang rendah. Salah satu yang paling menentukan kualitas minyak nilam adalah kadar *patchouli alcohol* (Aisyah dan Anwar, 2012). *Patchouli alcohol* memiliki sifat sebagai zat fiksatif dimana sifat ini mampu mengikat dan mencegah penguapan aroma sehingga dapat bertahan lebih lama (Mahanta *et al.*, 2007). Menurut Aisyah dkk. (2008), sifat fiksatif membuat *patchouli alcohol* biasa digunakan dalam industri kosmetik dan parfum serta pemberi aroma pada produk-produk rumah tangga. *Patchouli alcohol* merupakan komponen utama dalam minyak nilam dengan persentase 35 – 40% (Ambrose *et al.* 2016). Menurut SNI, kadar *patchouli alcohol* minimum dalam minyak nilam untuk diperdagangkan adalah 30%. Oleh karena itu, kadar *patchouli alcohol* dalam minyak nilam perlu untuk ditingkatkan. Peningkatan kadar *patchouli alcohol* dapat dilakukan salah satunya dengan metode distilasi fraksinasi, dimana komponen suatu senyawa dapat dipisahkan menjadi fraksi-fraksi berdasarkan titik didihnya.

Pada proses distilasi fraksinasi, terdapat variabel-variabel penting yang mempengaruhi fraksi atau distilat yang dihasilkan, seperti suhu, tekanan, kolom fraksinasi, dan rasio refluks. Penentuan suhu distilasi yang digunakan dapat berupa titik didih komponen, sehingga dapat ditetapkan rentang suhu distilasi yang sesuai dengan titik didih komponen penyusun bahan. Penentuan tekanan yang digunakan mampu mempengaruhi kualitas distilat yang dihasilkan. Menurut Mangun dkk. (2005), untuk menjaga

kualitas distilat minyak atsiri yang dihasilkan sebaiknya minyak difraksinasi pada pada keadaan vakum, dikarenakan pada tekanan dan suhu tinggi dapat mengakibatkan dekomposisi pada minyak yang dihasilkan, sehingga ditetapkan tekanan vakum sebagai tekanan yang digunakan untuk proses distilasi fraksinasi minyak nilam. Penentuan kolom fraksinasi juga dapat mempengaruhi keberhasilan proses distilasi fraksinasi, kolom yang lebih panjang akan menyediakan jalur yang lebih besar untuk terjadinya kontak antara uap dan cairan di dalam kolom sehingga terjadi pemisahan yang lebih efektif, sedangkan kolom yang pendek akan menyebabkan terjadinya luapan atau penumpukan cairan dalam kolom sehingga ditetapkan kolom terpanjang sebagai kolom yang digunakan untuk proses distilasi fraksinasi (Pavia, 2005).

Penggunaan rasio refluks juga harus disesuaikan agar dapat menghasilkan pemisahan campuran yang efektif dan efisien. Rasio refluks didefinisikan sebagai rasio dari jumlah tetesan kondensat yang kembali ke dalam kolom dan labu didih dengan jumlah tetesan yang dikumpulkan sebagai distilat (Pavia, 2005). Rasio refluks akan mempengaruhi kemurnian suatu distilat yang dihasilkan dari proses distilasi fraksinasi, sehingga fraksi distilat yang dihasilkan akan memiliki karakteristik berbeda sesuai dengan jenis dan kemurnian komponen yang terdapat dalam distilat tersebut.

Rasio refluks yang terlalu kecil dapat menyebabkan terjadinya pemisahan komponen yang tidak tepat, sehingga akan menghasilkan fraksi yang belum murni karena masih memiliki kandungan komponen lain yang tidak diinginkan. Sedangkan rasio refluks yang terlalu besar akan menghasilkan pemisahan komponen yang berlangsung lambat dan tidak efisien, walaupun mampu

menghasilkan kemurnian komponen yang tinggi (Gilbert dan Martin, 2010).

Penelitian mengenai distilasi fraksinasi minyak nilam sudah banyak dilakukan. Namun, belum banyak ditemukan kondisi operasi yang paling optimal dalam meningkatkan mutu minyak nilam, khususnya yang mengkaji penggunaan rasio refluks. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh dari rasio refluks pada proses distilasi fraksinasi terhadap karakteristik dan mutu minyak nilam yang diharapkan memiliki kadar *patchouli alcohol* yang tinggi karena kadar *patchouli alcohol* merupakan parameter yang paling menentukan mutu minyak nilam.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik fisiko-kimia minyak nilam hasil distilasi fraksinasi yang dipengaruhi oleh penggunaan variabel rasio refluks yang berbeda. Selain karakteristik dan mutu minyak, perlu dipertimbangkan pula rasio refluks terbaik yang mampu menghasilkan kondisi proses distilasi fraksinasi yang efektif dan efisien seperti waktu total proses distilasi dan rendemen yang dihasilkan, serta mampu meningkatkan mutu minyak nilam khususnya kadar *patchouli alcohol* secara signifikan.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak nilam yang dihasilkan dari penyulingan di daerah Palembang. Sedangkan bahan kimia yang digunakan untuk menganalisis karakteristik mutu antara lain KOH 0,1 N, indikator pp, dan alkohol 90%,

Alat yang digunakan untuk proses distilasi fraksinasi minyak nilam adalah *B/R Instrument-Spinning Band Distillation System Model 36-100* yang terintegrasi dengan komputer melalui program kontrol BR M690, sedangkan alat-alat yang digunakan untuk analisis karakteristik minyak nilam antara lain

spectrofotometer Konica Minolta CM-5, refraktometer ABBE Atago, piknometer, termometer, waterbath, neraca analitik, buret, erlenmeyer, corong, pipet volume, pipet tetes, gelas ukur, tabung reaksi, dan labu ukur.

Metode

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode eksperimental dengan analisis deskriptif. Proses distilasi fraksinasi dilakukan dengan pemberian perlakuan rasio refluks yang berbeda, yaitu rasio refluks (20:1), (30:1), dan (40:1), dimana 20, 30, dan 40 adalah waktu refluks (detik), sedangkan 1 (detik) adalah waktu distilat dikeluarkan. Masing - masing perlakuan rasio refluks dilakukan sebanyak tiga kali ulangan.

Tahapan Penelitian

Tahapan Persiapan Alat dan Proses

Proses distilasi fraksinasi dilakukan dengan menggunakan *B/R Instrument-Spinning Band Distillation System Model 36-100*. Jumlah sampel minyak nilam yang digunakan adalah sebanyak 200 mL untuk setiap ulangan yang dimasukkan ke dalam labu didih yang terhubung dengan kolom fraksinasi sepanjang 90 cm. Sampel pada labu didih dipanaskan dengan mantel pemanas. Selanjutnya menyalakan sistem kondenser, dimana sistem ini harus dialiri dengan air untuk mengondensasikan fase gas pada bagian distilat. Proses distilasi fraksinasi berlangsung dalam keadaan vakum yang dikondisikan oleh pompa vakum.

Jika sistem sudah siap untuk beroperasi, maka pada program kontrol diatur kondisi proses yang akan digunakan. Kondisi proses yang dikontrol mencakup tekanan vakum, suhu distilasi, rasio refluks, *equilibration time*, *initial heat*, *heat rate*, suhu kondenser, dan suhu maksimum pendidihan. Setelah kondisi proses diatur sesuai dengan rencana distilasi, selanjutnya menyalakan pompa vakum dan menjalankan proses distilasi fraksinasi.

Proses Distilasi Fraksinasi

Pada proses distilasi fraksinasi digunakan rasio refluks yang berbeda. Rasio refluks dijadikan sebagai variabel bebas untuk melihat pengaruhnya terhadap karakteristik minyak nilam yang dihasilkan. Pada programnya, distilasi fraksinasi diatur untuk menghasilkan 3 fraksi (*cut*) pada masing-masing variabel rasio refluks, sehingga dalam pengaturan program terdapat 3 proses pengumpulan distilat menjadi fraksi, yaitu *cut* 1, *cut* 2, dan *cut* 3. Pada masing-masing *cut* dilakukan analisis terhadap rendemen yang dihasilkan. Selain itu, diamati pula waktu total proses distilasi dari masing-masing variabel rasio refluks. Kondisi proses distilasi fraksinasi secara lengkap disajikan pada Tabel 1 untuk ketiga variabel rasio refluks.

Tabel 1. Kondisi proses distilasi fraksinasi

Variabel Proses	Nilai yang Digunakan	Satuan
Pressure	10	mmHg
Column Length	90	cm
Initial Heat	25	%
Equilibration Time	15	Menit
Max Pot Temp.	300	°C
Cut 1	230 - 283	°C
Cut 2	283 - 290	°C
Cut 3	290 - 300	°C
Heat Rate	16	%
Condenser Temp.	35	°C

Analisis Karakteristik Fisiko-Kimia Minyak Nilam

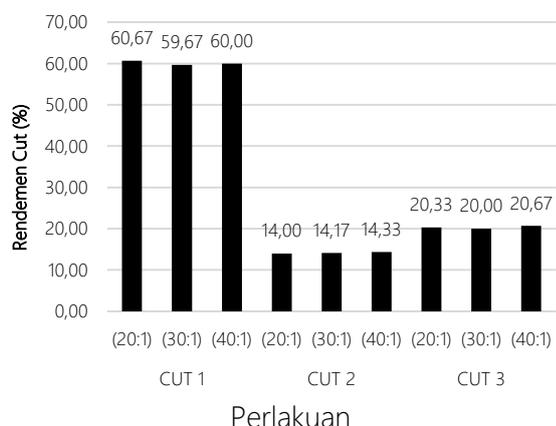
Minyak nilam awal dan minyak nilam hasil distilasi fraksanasi pada masing-masing *cut* dianalisis karakteristiknya berupa warna, bobot jenis, indeks bias, kelarutan dalam etanol 90%, bilangan asam, dan kadar *patchouli alcohol*. Prosedur analisis karakteristik minyak nilam berdasarkan pada SNI 06-2385-2006 tentang minyak nilam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Total Waktu dan Rendemen Hasil Distilasi Fraksinasi

Pada proses distilasi fraksinasi minyak nilam, diamati waktu total proses dan rendemen yang dihasilkan dari masing-masing perlakuan rasio refluks. Waktu total distilasi fraksinasi sangat dipengaruhi oleh rasio refluks yang digunakan, hal ini dikarenakan rasio refluks mempengaruhi lamanya proses pengumpulan distilat pada tiap *cut*. Semakin besar waktu refluks, maka proses distilasi fraksinasi akan semakin lama, sehingga menyebabkan penggunaan energi yang besar pula. Total waktu yang dibutuhkan perlakuan (20:1), (30:1), dan (40:1) untuk menyelesaikan proses distilasi fraksinasi berturut-turut adalah 13,28 jam, 19,93 jam, dan 25,10 jam untuk jumlah sampel sebanyak 200 mL.

Rendemen yang dihasilkan dari proses distilasi fraksinasi dinyatakan sebagai rendemen *cut* dan rendemen total proses. Untuk masing-masing perlakuan rasio refluks, rendemen *cut* disajikan pada Gambar 1. Rendemen total proses dari perlakuan perlakuan (20:1), (30:1), dan (40:1) berturut-turut adalah 95,00%, 93,84%, dan 95,00%. Dari Gambar 1 ditunjukkan bahwa rendemen tiap *cut* untuk masing-masing variabel memiliki nilai yang tidak berbeda nyata, sehingga rasio refluks sebagai variabel bebas tidak mempengaruhi rendemen yang dihasilkan.



Gambar 1. Rendemen cut proses distilasi fraksinasi minyak nilam

Pada Gambar 1, rendemen terbanyak adalah pada cut 1 untuk setiap perlakuan, hal ini dikarenakan pada cut 1 memiliki komponen yang beragam, yaitu seluruh komponen dalam minyak nilam yang memiliki titik didih rendah pada rentang suhu dari 230oC – 283oC. Rendemen terkecil adalah pada cut 2 yaitu sekitar 14%, karena memiliki rentang suhu yang kecil, yaitu dari 283oC – 290oC sehingga hanya komponen yang memiliki titik didih pada rentang suhu tersebut yang ada pada cut 2, salah satunya adalah patchouli alcohol dengan titik didih 287oC – 288oC (Guenther, 1949) yang juga menjadi komponen terbesar dalam minyak nilam, sehingga seharusnya pada cut 2 memiliki kadar patchouli alcohol paling tinggi karena berada pada rentang titik didihnya. Namun, kadar patchouli alcohol minyak nilam hasil distilasi fraksinasi dari hasil penelitian Nurjanah dkk (2017) yang disajikan pada Tabel 4, cut 2 memiliki rata-rata kadar patchouli alcohol yang lebih rendah dibandingkan cut 3,

sehingga pada proses distilasi fraksinasi sebagian besar komponen patchouli alcohol terpisah dan terkumpul pada cut 3.

Pada proses distilasi fraksinasi juga dihasilkan residu, yaitu bahan yang tertinggal dalam labu didih yang tidak dapat terdistilasi lagi bahkan dengan suhu yang tinggi. Residu yang dihasilkan dari proses distilasi fraksinasi minyak nilam memiliki karakteristik berwarna cokelat kehitaman dengan tekstur yang kental pada suhu tinggi dan berubah menjadi keras ketika dibiarkan di suhu ruang. Kenampakan fisik residu dari proses distilasi fraksinasi minyak nilam disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Residu yang terdapat pada minyak nilam awal

Karakteristik Awal Minyak Nilam

Hasil analisis pada beberapa karakteristik mutu minyak nilam awal disajikan pada Tabel 2. Hasil tersebut memperlihatkan bahwa mutu sampel minyak nilam awal pada beberapa karakterstik sudah memenuhi persyaratan SNI seperti warna, indeks bias, kelarutan dalam etanol 90%, dan bilangan asam.

Tabel 2. Karakteristik awal minyak nilam

Karakteristik	SNI 06-2385-2006	Nilam Awal
Warna	Kuning muda-coklat kemerahan	Kuning kemerahan (Hue = 67,16°)
Bobot Jenis	0,950 – 0,975	0,995
Indeks Bias	1,507 – 1,515	1,507
Kelarutan dalam etanol 90%	1:10	1:10
Bilangan asam	Maks. 8	2,98
Kadar <i>Patchouli Alcohol</i> (%)	Min. 30	23,69

Pada pengukuran warna menggunakan spektrofotometer, diperoleh nilai *Hue* sebesar 67,16° yang pada daerah kisaran warna kromatisitas menurut Hutching (1999) berada pada daerah warna *Yellow Red* atau kuning kemerahan. Hasil tersebut sesuai dengan pengamatan visual menggunakan mata langsung. Kenampakan warna minyak nilam awal dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Minyak nilam asal Palembang

Parameter yang nilainya tidak memenuhi syarat SNI adalah bobot jenis dan kadar *patchouli alcohol*. Kandungan *patchouli alcohol* yang rendah menandakan bahwa minyak nilam dari daerah Palembang masih memiliki kualitas yang rendah sehingga diperlukan suatu upaya untuk meningkatkan kadar *patchouli alcohol*nya, baik upaya pada penanganan pasca panen bahan, perbaikan proses penyulingan, maupun pemberian perlakuan pasca penyulingan, seperti pemurnian dan distilasi fraksinasi.

Nilai bobot jenis minyak nilam awal yang melebihi rentang syarat SNI oleh minyak yang masih mengandung banyak pengotor yang dibuktikan oleh terdapatnya residu. Kandungan residu yang cukup banyak pada minyak nilam awal diduga menyebabkan nilai bobot jenis menjadi tinggi. Menurut Guenther (1948) residu tersebut merupakan pengotor berupa kandungan logam maupun serpihan debu sisa tanaman yang terbawa pada proses penyulingan sehingga tidak dapat terdistilasi dan tertinggal sebagai residu.

Karakteristik Minyak Nilam Hasil Distilasi Fraksinasi

Minyak nilam hasil distilasi fraksinasi terdiri dari perlakuan (20:1), (30:1), dan (40:1) dimana pada masing-masing perlakuan dihasilkan tiga fraksi (*cut*), yaitu *cut* 1, *cut* 2, dan *cut* 3. Ketiga *cut* dianalisis untuk melihat perbedaan karakteristik antar *cut* yang dihasilkan dan pengaruh dari rasio refluks yang digunakan serta melihat perbedaan atau perubahan karakteristik minyak nilam awal dan minyak nilam hasil distilasi fraksinasi.

a. Warna

Badan Standardisasi Nasional menetapkan dalam SNI (06-2385-2006) bahwa minyak nilam harus memiliki warna kuning muda hingga coklat kemerahan. Berdasarkan hasil uji derajat warna, menunjukkan nilai HUE minyak nilam hasil distilasi fraksinasi memiliki

nilai HUE yang berada pada rentang 90°-126° dengan warna kromatis *Yellow* (kuning). Perubahan warna minyak nilam awal dari coklat kemerahan menjadi kuning disebabkan oleh terpisahnya minyak dengan residu yang secara kenampakannya memiliki warna coklat kehitaman. Berdasarkan pada nilai kromatis yang diperoleh dan kenampakan, warna minyak nilam hasil fraksinasi seluruhnya memenuhi syarat SNI. Kenampakan warna minyak hasil distilasi fraksinasi seperti terlihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Minyak nilam hasil distilasi fraksinasi (dari kiri ke kanan: *cut* 1, *cut* 2, dan *cut* 3)

Minyak nilam hasil distilasi fraksinasi memiliki warna kuning, dan warna kuning dapat dilihat melalui nilai b^* , dimana b^* menunjukkan perbedaan antara biru (blue) ($-b^*$) dan kuning (yellow) ($+b^*$). Hasil pengukuran warna kromatis dan b^* minyak nilam hasil fraksinasi disajikan pada Tabel 3. Dari hasil b^* tersebut, terlihat bahwa seluruh nilai b^* bernilai (+) dan semakin besar nilai b^* , maka semakin kuning pula minyak tersebut.

Warna pada minyak nilam hasil fraksinasi salah satunya dipengaruhi oleh komponen yang terkandung didalamnya. Patchouli alcohol merupakan komponen utama yang terdapat pada minyak nilam sehingga kadar patchouli alcohol dapat mempengaruhi warna pada minyak nilam. Penelitian yang dilakukan oleh Supriono dan Susanti (2014) menunjukkan bahwa semakin coklat warna minyak nilam yang diperoleh mengindikasikan kandungan *patchouli alcohol* yang semakin rendah.

Tabel 3. Warna minyak nilam hasil distilasi fraksinasi

Perlakuan	Cut	b^*	°HUE	Warna Kromatis
(20:1)	1	26,55	102,63	Yellow
	2	80,46	91,08	Yellow
	3	60,55	92,15	Yellow
(30:1)	1	25,64	102,50	Yellow
	2	76,92	91,17	Yellow
	3	52,95	92,60	Yellow
(40:1)	1	24,73	103,23	Yellow
	2	79,18	91,71	Yellow
	3	52,33	93,09	Yellow

Selain itu, menurut Guenther (1949) *patchouli alcohol* sendiri memiliki warna putih dengan bentuk kristal, maka semakin banyak kandungan *patchouli alcohol* akan membuat warna minyak nilam menjadi lebih cerah. Adapun kadar *patchouli alcohol* hasil distilasi fraksinasi terdapat pada penelitian Nurjanah dkk (2017) yang secara lengkap disajikan pada Tabel 4.

Tabel 4. Kadar *patchouli alcohol* minyak nilam hasil distilasi fraksinasi

Perlakuan	Cut	Kadar <i>Patchouli Alcohol</i> (%)
(20:1)	1	6,72
	2	57,41
	3	86,39
(30:1)	1	8,77
	2	55,47
	3	85,33

Perlakuan	Cut	Kadar Patchouli Alcohol (%)
(40:1)	1	7,52
	2	53,26
	3	87,61

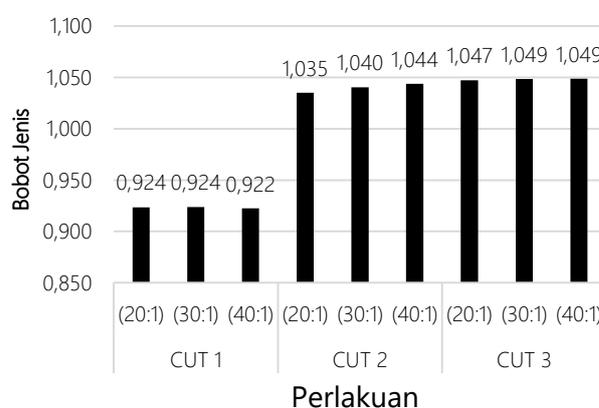
Sumber : Nurjanah dkk, (2017)

Pernyataan Supriono dan Susanti (2014) serta Guenther (1949) dapat dibuktikan pada hasil *cut* 2 dan *cut* 3, dimana *cut* 2 memiliki warna lebih kuning dan nilai b^* lebih besar dari *cut* 3, sehingga kadar *patchouli alcohol* pada *cut* 2 menjadi lebih rendah. Sedangkan pada *cut* 1, walaupun memiliki warna paling cerah dengan b^* terkecil, kadar *patchouli alcohol* didalamnya sangat rendah dikarenakan rentang suhu distilasi yang digunakan pada *cut* 1 bukan rentang titik didih *patchouli alcohol*. Berdasarkan variabel rasio refluks yang diberikan, dapat dilihat pada Tabel 3 dan Tabel 4, bahwa warna dan kadar *patchouli alcohol* yang dihasilkan pada *cut* yang sama dari masing-masing variabel rasio refluks memiliki nilai yang tidak berbeda nyata.

b. Bobot Jenis

Bobot jenis minyak nilam hasil distilasi fraksinasi yang diperoleh dalam penelitian ini disajikan pada Gambar 5. Berdasarkan hasil tersebut, menunjukkan bahwa terjadi perubahan yang cukup signifikan antara bobot jenis awal minyak nilam sebesar 0,995 dengan bobot jenis yang nilainya berbeda-beda pada tiap *cut* yang dihasilkan. Gambar 5 juga menunjukkan bahwa nilai bobot jenis mengalami peningkatan dari *cut* 1 sampai *cut* 3. Hal tersebut berhubungan dengan komponen yang terkandung dalam minyak nilam yang dihasilkan. Namun, jika dilihat dari perlakuan rasio refluks yang diberikan hasil yang didapatkan tidak memberikan pengaruh yang signifikan pada *cut* yang sama. Dari nilai bobot jenis yang diperoleh tidak ada minyak

nilam yang memenuhi nilai bobot jenis sesuai dengan SNI, yaitu pada rentang 0,950 - 0,975. Nilai bobot jenis terendah adalah pada *cut* 1 dan nilai tersebut dibawah nilai SNI. Rendahnya nilai bobot jenis *cut* 1 diduga karena pada *cut* ini terkandung lebih banyak fraksi ringan seperti α -*patchoulene*, *seychellene*, δ -*guaiene*, dan α -*guaiene* yang memiliki berat molekul rendah dan mudah menguap (Aisyah dan Anwar, 2012).



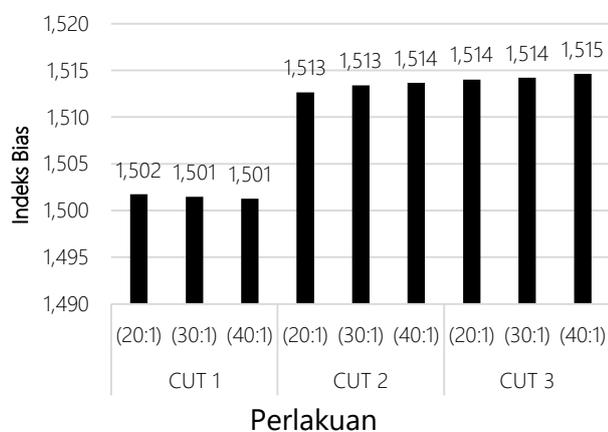
Gambar 5. Bobot jenis minyak nilam hasil distilasi fraksinasi

Sedangkan nilai bobot jenis pada *cut* 2 dan *cut* 3 melebihi nilai pada SNI. Hasil tersebut dikarenakan pada *cut* 2 dan *cut* 3 mengandung lebih banyak fraksi dengan berat molekul yang besar, salah satunya adalah *patchouli alcohol* dimana *cut* 2 dan *cut* 3 memiliki kadar *patchouli alcohol* yang tinggi dengan kadar tertinggi didapatkan pada *cut* 3, sehingga nilai bobot jenis *cut* 3 pun lebih besar dibandingkan bobot jenis *cut* 2. Selain itu, terdapat penelitian lain yang mendukung hasil tersebut, yaitu berdasarkan penelitian Annisa (2013), dimana kadar *patchouli alcohol* 75,14% memiliki bobot jenis 1,005, kadar *patchouli alcohol* 49,07% memiliki bobot jenis 0,979, dan kadar *patchouli alcohol* 83,86% memiliki bobot jenis 1,013 dimana semakin tinggi kadar *patchouli alcohol* suatu minyak nilam maka semakin besar pula nilai bobot jenisnya. Berdasarkan rasio refluks

yang diberikan, Gambar 5 menunjukkan bahwa bobot jenis yang dihasilkan pada *cut* yang sama dari masing-masing variabel rasio refluks memiliki nilai yang tidak berbeda nyata.

c. Indeks Bias

Nilai indeks bias minyak ditentukan oleh banyaknya cahaya yang melewati media kurang padat ke media lebih padat, maka sinar akan membelok atau membias dari garis normal (Guenther, 1948). Sama halnya dengan bobot jenis, nilai indeks bias yang dihasilkan pada penelitian ini juga menunjukkan perubahan yang cukup signifikan antara minyak nilam awal dengan yang dihasilkan dari proses distilasi fraksinasi, serta perlakuan rasio refluks yang tidak memberikan pengaruh signifikan terhadap indeks bias pada *cut* yang sama. Gambar 6 menunjukkan bahwa semakin tinggi *cut* minyak nilam hasil distilasi fraksinasi, maka nilai indeks biasnya semakin tinggi.



Gambar 6. Indeks bias minyak nilam hasil distilasi fraksinasi

Nilai indeks bias minyak nilam yang disyaratkan dalam SNI 06-2385-2006 adalah 1,507 - 1,515. Dari nilai indeks bias pada Gambar 6, nilai indeks bias minyak nilam hasil distilasi fraksinasi yang sudah memenuhi SNI adalah pada *cut* 2 dan *cut* 3 pada setiap perlakuan, sedangkan pada *cut* 1 nilainya dibawah rentang SNI. Menurut Armando (2009), nilai indeks bias minyak atsiri

berhubungan erat dengan komponen-komponen yang tersusun dalam minyak atsiri yang dihasilkan. Sama halnya dengan bobot jenis dimana komponen penyusun minyak atsiri dapat mempengaruhi nilai indeks biasnya.

Nilai indeks bias pada *cut* 1 dipengaruhi oleh komponen dengan berat molekul rendah yang memiliki kerapatan medium rendah sehingga cahaya yang datang akan lebih banyak dibiaskan dan mengakibatkan nilai indeks bias menjadi kecil. Nilai indeks bias pada *cut* 2 dan *cut* 3 yang sudah memenuhi SNI disebabkan oleh banyaknya kandungan komponen dengan berat molekul yang besar, salah satunya patchouli alcohol. Semakin banyak komponen dengan berat molekul besar seperti patchouli alcohol maka kerapatan medium minyak atsiri akan bertambah sehingga cahaya yang datang akan sukar untuk dibiaskan (Armando, 2009). Berdasarkan rasio refluks yang diberikan, Gambar 6 menunjukkan bahwa indeks bias yang dihasilkan pada *cut* yang sama dari masing-masing variabel rasio refluks memiliki nilai yang tidak berbeda nyata.

d. Kelarutan dalam Etanol 90%

Minyak nilam memiliki kelarutan yang baik dalam pelarut organik, salah satunya adalah alkohol, parameter ini dapat dijadikan sebagai acuan mutu dari minyak nilam. Semakin tinggi daya larut minyak tersebut dalam alkohol maka semakin baik kualitasnya. Daya larut minyak dalam alkohol dipengaruhi oleh jenis dan konsentrasi senyawa yang dikandungnya. Dalam SNI 062385-2006, minyak nilam larut dalam etanol 90% pada perbandingan maksimal 1:10, artinya 1 mL minyak nilam dapat melarut sempurna pada penambahan sampai maksimal 10 mL etanol 90%. Adapun hasil pengujian kelarutan minyak nilam hasil distilasi fraksinasi disajikan pada Tabel 5.

Tabel 5. Kelarutan dalam etanol 90% minyak nilam hasil distilasi fraksinasi

Perlakuan	Cut	Kelarutan dalam etanol 90%
(20:1)	1	1 : 13
	2	1 : 1
	3	1 : 1
(30:1)	1	1 : 15
	2	1 : 1
	3	1 : 1
(40:1)	1	1 : 16
	2	1 : 1
	3	1 : 1

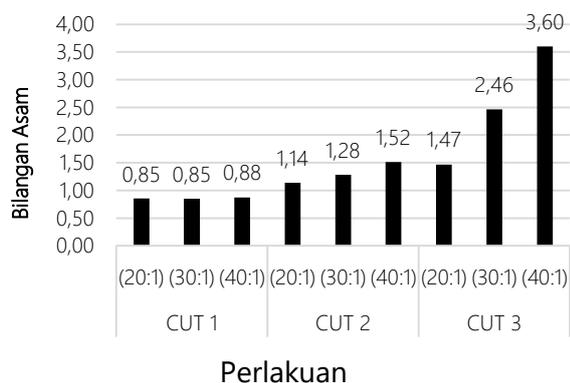
Minyak nilam yang paling sukar larut dalam etanol 90% adalah minyak nilam hasil distilasi fraksinasi pada *cut* 1 untuk ketiga perlakuan, nilai ketiganya juga melebihi SNI, yaitu diatas 1:10. Dari hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa semakin tinggi rasio refluks, maka daya larut yang dihasilkan minyak nilam pada *cut* 1 semakin rendah, artinya menjadi semakin sukar larut dalam etanol 90%. Hal ini diduga pada *cut* 1 memiliki kandungan terpen teroksigenasi yang rendah.

Menurut Guenther (1948), semakin rendah daya larut atau semakin sukar larut minyak atsiri dalam alkohol adalah disebabkan oleh rendahnya kandungan terpen teroksigenasi pada minyak atsiri. Komponen terpen teroksigenasi pada minyak nilam salah satunya yaitu *patchouli alcohol*, hal tersebut sesuai dengan hasil kadar *patchouli alcohol* untuk *cut* 1 adalah sangat rendah pada masing-masing variabel rasio refluks. Nilai kelarutan dalam etanol untuk *cut* 2 dan *cut* 3 pada masing-masing perlakuan adalah sama yaitu 1 : 1. Nilai tersebut menunjukkan bahwa komponen pada *cut* 2 dan *cut* 3 memiliki daya larut dalam etanol yang tinggi. Berdasarkan pernyataan Guenther (1948) dan kadar *patchouli alcohol* yang diperoleh, pada *cut* 2 dan *cut* 3 memiliki kandungan terpen

teroksigenasi salah satunya *patchouli alcohol* dengan konsentrasi yang tinggi sehingga minyak nilam menjadi sangat mudah larut bahkan dalam perbandingan 1 : 1. Dari hasil yang didapatkan, dapat dikatakan bahwa perlakuan distilasi fraksinasi mampu mengubah nilai kelarutan dalam etanol 90% pada minyak nilam awal menjadi nilai-nilai kelarutan yang berbeda sesuai dengan komponen fraksi yang terkandung pada minyak nilam hasil distilasi fraksinasi. Selain itu, berdasarkan rasio refluks yang diberikan, Tabel 5 menunjukkan bahwa kelarutan dalam etanol 90% yang dihasilkan pada *cut* yang sama dari masing-masing variabel rasio refluks memiliki nilai yang tidak berbeda nyata.

e. Bilangan Asam

Bilangan asam menunjukkan kadar asam bebas yang terkandung dalam minyak atsiri dan dinyatakan sebagai jumlah Kalium Hidroksida (KOH) dalam miligram yang diperlukan untuk menetralkan komponen asam dalam satu gram sampel (Guenther, 1948). Bilangan asam yang semakin besar dapat mempengaruhi kualitas, diantaranya mengubah bau khas dari minyak nilam. Senyawa asam yang terbentuk dapat diakibatkan oleh adanya sebagian komposisi minyak atsiri yang kontak langsung dengan udara atau berada dalam kondisi lembap yang mengakibatkan munculnya reaksi oksidasi dengan udara yang dikatalisasi oleh cahaya (Armando, 2009). Hasil analisis bilangan asam pada minyak nilam hasil distilasi fraksinasi disajikan pada Gambar 7.



Gambar 7. Bilangan asam minyak nilam hasil distilasi fraksinasi

Hasil pengujian bilangan asam menunjukkan bahwa minyak nilam mengalami perubahan nilai bilangan asam setelah dilakukan distilasi fraksinasi dengan nilai yang berbeda-beda pada setiap *cut* yang dihasilkan serta mengalami peningkatan nilai dari *cut* 1 ke *cut* 3. Variabel rasio refluks juga mempengaruhi bilangan asam yang diperoleh. Dapat dilihat pada Gambar 7, semakin besar rasio refluks yang diberikan maka nilai bilangan asam pada masing-masing *cut* akan semakin meningkat. Peningkatan bilangan asam tersebut, baik pada setiap *cut* maupun pada setiap perlakuan diduga karena lamanya proses distilasi serta tingginya suhu yang digunakan selama proses distilasi fraksinasi sehingga mengakibatkan terjadinya proses oksidasi.

Menurut Badan Standardisasi Indonesia mengenai SNI minyak nilam (062385-2006) untuk bilangan asam yaitu maksimal 8. Berdasarkan hasil yang diperoleh, baik minyak nilam awal maupun minyak nilam hasil distilasi fraksinasi nilai bilangan asamnya secara keseluruhan sesuai dengan SNI. Pada minyak nilam hasil distilasi fraksinasi, nilai bilangan asam terendah didapatkan pada *cut* 1 perlakuan (20:1) yaitu sebesar 0,85, sedangkan yang tertinggi adalah pada *cut* 3 perlakuan (40:1), bila dihubungkan dengan lama proses distilasi dan tingginya suhu yang digunakan, *cut* 1 perlakuan (20:1) adalah yang mengalami

proses pemanasan paling singkat dengan suhu *cut* paling rendah (230 - 283°C) sehingga nilai bilangan asamnya paling rendah, sedangkan *cut* 3 perlakuan (40:1) adalah yang mengalami proses pemanasan paling lama dengan suhu *cut* yang paling tinggi (290 - 300°C) sehingga mengakibatkan terjadinya proses oksidasi dan menghasilkan nilai bilangan asam yang paling tinggi pula.

KESIMPULAN

Proses distilasi fraksinasi dengan kondisi operasi yang sesuai dapat mengubah secara signifikan karakteristik fisiko-kimia antara minyak nilam awal dengan minyak nilam pada tiap *cut* yang dihasilkan. Akan tetapi, pemberian variabel rasio refluks (20:1), (30:1), dan (40:1) tidak memberikan pengaruh yang signifikan untuk *cut* yang sama pada beberapa parameter seperti kadar *patchouli alcohol*, warna, bobot jenis, indeks bias, dan kelarutan dalam etanol 90%. Namun memberikan pengaruh yang cukup signifikan pada parameter bilangan asam.

Rasio refluks (20:1) pada proses distilasi fraksinasi sudah cukup baik dalam meningkatkan mutu minyak nilam yang dilihat dari kadar *patchouli alcohol*nya serta dinilai lebih efisien karena waktu refluks yang lebih singkat, sehingga akan menghemat waktu proses dan pemakaian energi. Selain itu, rasio refluks (20:1) juga mampu menghasilkan rendemen yang tinggi, yaitu sebesar 95,00%.

DAFTAR PUSTAKA

Aisyah, Y. dan Anwar, S.H. 2012. Physico-chemical properties of patchouli oils (*Pogostemon cablin*) separated by fractional distillation method. *Proceedings of The Annual International Conference, Syiah Kuala University-Life Sciences & Engineering Chapter 2(2)*: 355-359.

- Aisyah, Y., Hastuti, P., Sastrohamidjojo, H., dan Hidayat, C. 2008. Komposisi kimia dan sifat antibakteri minyak nilam (*Pogostemon cablin*). *Majalah Farmasi Indonesia*, 19(3): 151-156.
- Ambrose, D.C.P, Manickavasagan, A. dan Naik, R. 2016. Leafy Medicinal Herbs: Botany, Chemistry, Postharvest Technology and Uses. London: CABI.
- Annisa, Y. (2013). Peningkatan kadar patchouli alkohol minyak nilam dengan metode distilasi fraksinasi vakum. Skripsi. Banda Aceh: Universitas Syiah Kuala.
- Armando, R. 2009. Memproduksi 15 minyak atsiri berkualitas. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Gilbert, J.C. dan Martin, S.F. 2010. Experimental organic chemistry: a miniscale and microscale approach, 5th edition. USA: Cengage Learning.
- Guenther, E. 1948. The Essential oils Volume I. New York: D. Van Nostrand Company, Inc.
- Guenther, E. 1949. The Essential oils Volume II. New York: D. Van Nostrand Company, Inc.
- Harimurti, N., T. H. Soerawidjaja., D. Sumangat., & Risfaheri. 2012. Ekstraksi Minyak Nilam (*Pogostemon cablin* Benth) dengan Teknik Hidrodifusi Pada Tekanan 1 – 3 Bar. *J. Pascapanen* 9(1): 1 - 10.
- Hutchings, J.B. 1999. Food Color And Appearance. Gaithersburg, Md: Aspen Publishers, Inc
- Mahanta, J.J., Chutia, M., dan Sarma, T.C., 2007. Study on Weed Flora and Their Influence on Patchouli (*Pogostemon cablin* Benth.) Oil and Patchoulol. *Journal of Plant Sciences*, 2(1): 96-101.
- Mangun, H.M.S., Waluyo, H., dan Purnama, A. 2005. Nilam. Depok: Penebar Swadaya Grup.
- Nurjanah, S., M. Muhaemin, A. Widyasanti, R. Amrullah, C. Hashilah. 2017. Isolation of patchouli alcohol from patchouli oil by fraction distillation. *Paper Presented at International Conference of Sustainability Agriculture, Food, and Energy*, Shah Alam, Malaysia, 22-23 Agustus 2017.
- Pavia, D. L. 2005. Introduction to organic laboratory techniques: a small scale approach, 2nd edition. USA: Brooks/Cole, Thomson Learning Inc.
- Rukmana, I.H.R. 2004. Nilam: prospek agribisnis dan teknik budi daya. Yogyakarta: Kanisius
- Supriono, & T. A Susanti. 2014. Kualitas minyak atsiri nilam dari metode pengecilan ukuran pada penyulingan tanaman nilam (*Pogostemon cablin* Benth). *Prosiding Seminar Nasional Kimia HKI*. Kalimantan Timur, 26 April 2016