

STUDI AWAL DETERPENISASI MINYAK NILAM DENGAN TEKNOLOGI REDISTILASI VAKUM

Silviana dan A. Purbasari^{*)}

Abstrak

Minyak nilam merupakan komoditi ekspor penting dari Indonesia. Persyaratan kandungan patchouli alcohol (PA) dalam minyak nilam berdasarkan SNI minimal 31%. Minyak nilam hasil distilasi UKM seringkali kadar PA-nya kurang dari 31% sehingga perlu dicari cara untuk meningkatkan kadar PA dalam minyak nilam. Salah satu cara adalah dengan redistilasi vakum atau distilasi fraksionasi produk UKM sebagai upaya penghilangan terpen dalam minyak nilam (deterpenisasi). Kondisi vakum akan dapat menurunkan temperatur operasi sehingga kemungkinan terjadinya destruksi oleh panas dapat dihindarkan. Alat redistilasi vakum yang digunakan berkapasitas 500 ml untuk memisahkan komponen terpen yang memiliki titik didih rendah dan komponen PA yang memiliki titik didih tinggi. Penelitian dilakukan dengan variabel berubah temperatur, tekanan, dan waktu. Hasil penelitian menunjukkan bahwa temperatur, waktu, serta interaksi temperatur dan waktu merupakan variabel paling berpengaruh pada proses redistilasi vakum dengan kenaikan kadar PA mencapai 23,06 - 28,97% dari kadar awal sebesar 17,95%. Adapun model regresi yang diperoleh adalah $Kadar\ PA = 24,80 + 0,93A + 1,33C + 0,97AC$ dengan A adalah temperatur dan C adalah waktu redistilasi vakum.

Kata kunci: deterpenisasi; minyak nilam; patchouli alcohol; redistilasi vakum

Pendahuluan

Minyak nilam tergolong ke dalam minyak atsiri (*essential oil*) dan merupakan komponen penting dalam industri *parfumery*, seperti minyak wangi (parfum), sabun, deodoran, dan lain-lain karena mengandung senyawa kimia yang sangat berperan sebagai fiksator (*fixation agent*). Minyak nilam yang diperoleh dari tanaman nilam (*Pogostemon patchouli*) hingga kini belum berhasil disintesis sehingga ketergantungan industri kosmetika terhadap minyak nilam masih sangat tinggi.

Saat ini kebutuhan minyak nilam dunia masih disuplai oleh Indonesia sebesar 80% dengan estimasi kebutuhan 550 ton/tahun (Singh, *et al.*, 2002). Adapun ekspor minyak nilam Indonesia dari tahun 2001-2005 dapat dilihat pada Tabel 1 (BPS, 2006). Adapun negara-negara konsumen minyak nilam adalah Amerika Serikat, Perancis, Jerman, Jepang, Belanda dan beberapa negara di Timur Tengah seperti Mesir dan Arab Saudi.

Tabel 1. Data ekspor minyak nilam Indonesia.

Tahun	Volume (kg)	Harga/kg (US\$)
2001	1.189.000	17,30
2002	1.295.000	17,39
2003	1.127.000	17,00
2004	2.074.250	13,08
2005(Jan-Mei)	1.102.982	7,16

Mutu minyak nilam sangat dipengaruhi oleh kandungan komponen patchouli alcohol. Secara umum,

minyak atsiri mengandung senyawa hidrokarbon seperti terpen (beta-patchoulen, anisole, dan trans-caryophyllen), senyawa yang teroksidasi (aldehid, ester, dan alkohol), serta senyawa lainnya. Komponen patchouli alcohol termasuk ke dalam senyawa yang teroksidasi dan memiliki titik didih yang relatif tinggi (150-160 °C pada 8 mmHg) bila dibandingkan dengan komponen lainnya dalam minyak nilam (Buchi and Nobel, 1961).

Tabel 2. Titik didih komponen minyak nilam.

Komponen	Titik Didih
Patchouli alcohol	150-160 °C (8 mmHg)
b-Patchoulen	252-253 °C (750 mmHg)
Benzaldehid	178 °C
Bulmesen	118 °C (8 mmHg)
α-guaien	78-79 °C (2,5 mm Hg)
Seychelen	70 °C (0,1 mmHg)
β-kariofilin	118-119 °C (9,7 mmHg)
Norpatchoulenol	90-100 °C

Pemisahan komponen minyak atsiri dapat dilakukan dengan distilasi fraksionasi (Rusli S., 2002). Proses distilasi yang dilakukan terhadap minyak nilam berdasarkan perbedaan titik didih antara senyawa patchouli alcohol dan terpen. Dalam distilasi fraksionasi, fase cair dan fase uap minyak atsiri dikontakkan dalam kolom fraksionasi. Fase cair yang memiliki komponen mudah menguap lebih banyak dikontakkan dengan fase uap yang memiliki

^{*)} Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik UNDIP
Jl. Prof. Sudarto, SH, Tembalang-Semarang 50239
Telp.(024) 7460058, E-mail: sheelphi@yahoo.com

komponen mudah menguap lebih sedikit. Kontak tersebut mengakibatkan terjadinya perpindahan massa komponen mudah menguap dari fase cair ke fase uap. Karena kontak dibuat terus menerus, maka kecenderungan uap pada puncak mengandung komponen-komponen yang mudah menguap dan pada dasar mengandung komponen yang sulit menguap (Brown, 1978). Untuk menghindari terjadinya destruksi dalam komponen minyak nilam oleh panas maka dipilih kondisi operasi vakum. Dengan kondisi vakum maka proses distilasi dapat berjalan pada temperatur yang lebih rendah. Distilasi vakum digunakan di industri kimia untuk memurnikan produk dengan kisaran yang lebar (fraksi) dan merecoveri bahan mentah untuk digunakan kembali. Pemurnian produk makanan seperti minyak sayur dan minyak atsiri seperti minyak nilam juga membutuhkan penggunaan distilasi vakum.

Penelitian ini bertujuan untuk meningkatkan mutu minyak nilam (kadar patchouli alcohol) produk UKM dengan teknologi redistilasi vakum dan mencari variabel proses yang paling berpengaruh.

Metode Penelitian

Penelitian ini menggunakan rancangan percobaan *factorial design 2³* dengan variabel proses temperatur, tekanan, dan waktu operasi seperti yang ditunjukkan oleh Tabel 3. Minyak nilam yang digunakan berasal dari UKM Samigaluh Yogyakarta. Hasil analisa kandungan minyak nilam produk UKM dengan instrumen GCMS ditunjukkan oleh Tabel 4.

Tabel 3. Variabel proses *factorial design 2³*.

Run	A	B	C
1	-	-	-
2	-	+	-
3	+	-	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	-	+	+
7	+	-	+
8	+	+	+

Keterangan :

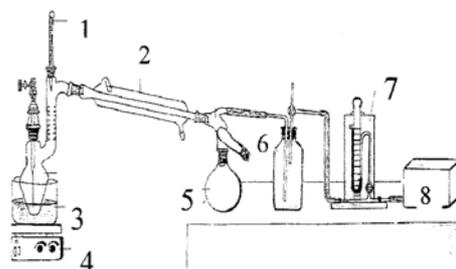
- A : Temperatur : 100 °C (-) dan 180 °C (+)
- B : Tekanan : 565 mmHg (-) dan 653 mmHg (+)
- C : Waktu operasi : 1 jam (-) dan 2 jam (+)

Tabel 4. Komponen utama minyak nilam produk UKM.

Number of Peak	R. Time	Nama Komponen	Kadar (%)
4	11,559	b-Patchoulen	25,17
8	12,442	Anisole	8,02
9	12,550	Trans-Caryophyllen	12,05
15	13,450	d-Guaien	25,05
16	15,408	Patchouli Alcohol	17,95

Respon yang diambil adalah kadar patchouli alcohol pada minyak nilam selain parameter SNI lainnya seperti indeks bias dan densitas. Pengolahan data yang diperoleh menggunakan perangkat lunak *Design-Expert*.

Penelitian ini menggunakan rangkaian alat distilasi berkapasitas 500 ml seperti pada Gambar 1. Alat distilasi sebelum digunakan dibersihkan dari kotoran dan dikeringkan kemudian dirangkai seperti Gambar 1. Minyak nilam dimasukkan dalam labu distilasi yang telah dilengkapi dengan kolom, kondensor, dan penampung distilat. Pompa vakum dihidupkan hingga variabel tertentu dilanjutkan dengan pemanas. Setelah waktu tertentu, hasil bawah distilasi diambil untuk dianalisa kadar patchouli alcohol, indeks bias, dan densitasnya. Percobaan diulangi untuk variabel lain.



Gambar 1. Rangkaian Alat Distilasi Vakum.

Keterangan:

- 1. Termometer
- 2. Kondensor
- 3. Labu
- 4. Pemanas
- 5. Penampung distilat
- 6. Penjebak
- 7. Manometer
- 8. Pompa vakum

Hasil dan Pembahasan

Komposisi minyak nilam hasil redistilasi vakum ditunjukkan oleh Tabel 5 berikut ini. Adapun indeks bias dan densitas minyak nilam ditunjukkan oleh Tabel 6.

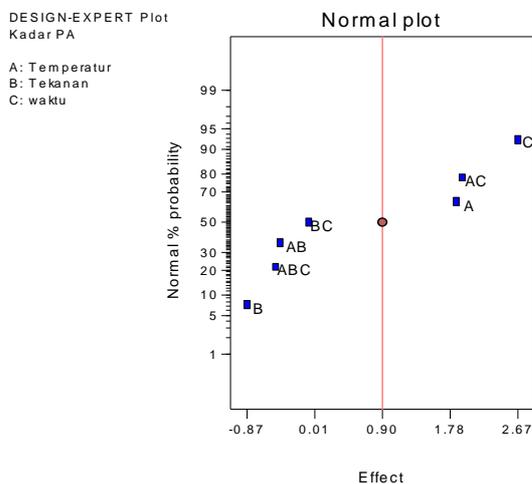
Tabel 5. Komposisi minyak nilam (%) hasil redistilasi vakum.

Run	Komponen			
	PA	Beta-pachoulen	Anisole	Trans-caryophyllen
awal	17,95	25,17	8,02	12,05
1	23,94	8,20	18,98	10,85
2	23,08	8,64	19,98	11,47
3	23,80	8,56	19,19	10,97
4	23,06	7,44	18,96	12,00
5	24,24	8,01	18,90	10,77
6	24,23	8,66	19,51	11,03
7	28,97	6,75	17,03	10,81
8	27,10	7,72	18,31	11,44

Tabel 6. Karakteristik minyak nilam hasil redistilasi vakum.

Run	Kadar PA (%)	Densitas (g/ml)	Indeks Bias
1	23,94	0,95015	1,5095
2	23,08	0,95004	1,51
3	23,80	0,95214	1,5005
4	23,06	0,95250	1,4955
5	24,24	0,95297	1,5055
6	24,23	0,95025	1,506
7	28,97	0,95389	1,481
8	27,10	0,95290	1,49

Pengaruh variabel percobaan terhadap respon peningkatan kadar patchouli alcohol dalam minyak nilam ditunjukkan oleh Gambar 2 berikut ini.



Gambar 2. Grafik pengaruh variabel percobaan terhadap probabilitas normal.

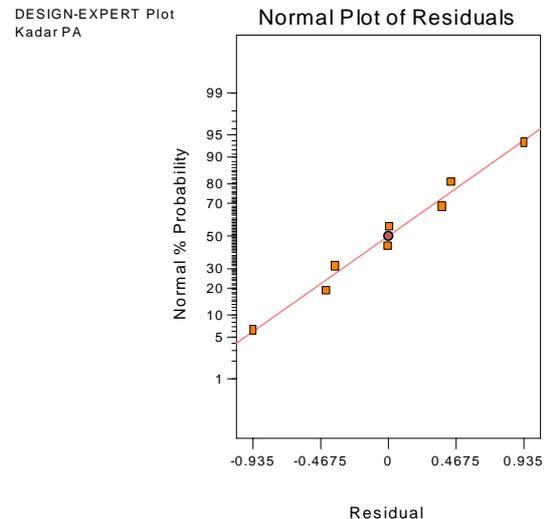
Hasil tersebut menunjukkan bahwa variabel temperatur (A), waktu (C), dan interaksi temperatur-waktu (AC) mempunyai pengaruh positif terhadap respon peningkatan kadar patchouli alcohol, sedangkan variabel tekanan (B), interaksi temperatur-tekanan (AB), tekanan-waktu (BC), dan temperatur-tekanan-waktu (ABC) mempunyai pengaruh negatif terhadap respon. Adapun variabel percobaan yang mempunyai pengaruh paling besar terhadap respon peningkatan kadar patchouli alcohol dalam minyak nilam adalah variabel waktu, diikuti interaksi temperatur dan waktu serta temperatur.

Model regresi yang diperoleh dengan memasukkan variabel yang mempunyai pengaruh signifikan terhadap respon adalah sebagai berikut :

$$\text{Kadar PA} = 24,80 + 0,93A + 1,33C + 0,97AC$$

dengan A = temperatur dan C = waktu.

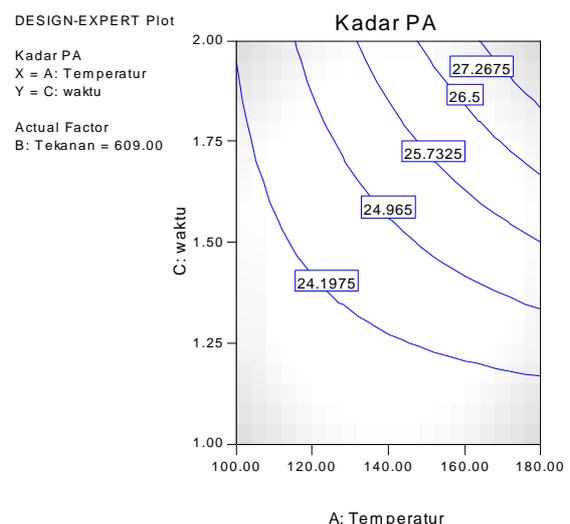
Model tersebut mempunyai $P\text{-value} = 0,0108$ dan $R^2 = 0,9229$. Hal ini menunjukkan bahwa model signifikan dengan tingkat keyakinan lebih dari 98% dan 92,29% variasi total pada respon disebabkan oleh variabel percobaan (Montgomery, 2001). Gambar 3 berikut menunjukkan grafik normal probabilitas dari residual.



Gambar 3. Grafik residual terhadap probabilitas normal.

Gambar 3 menunjukkan bahwa sebaran residual cukup linier sehingga model regresi yang digunakan telah cukup baik.

Dari model regresi tersebut dapat diperoleh kontur kadar patchouli alcohol sebagai fungsi temperatur dan waktu redistilasi vakum seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 4.



Gambar 4. Plot kontur kadar patchouli alcohol sebagai fungsi temperatur dan waktu redistilasi vakum.

Waktu distilasi merupakan variabel yang paling berpengaruh dan memberikan pengaruh positif terhadap peningkatan kadar patchouli alcohol dalam minyak nilam. Pada waktu yang terlalu pendek, komponen terpen (dalam hal ini beta-patchoulen) belum maksimal terpisah sehingga komponen terpen masih relatif banyak dalam minyak nilam. Jika waktu distilasi diperpanjang, maka komponen terpen akan lebih banyak yang terpisah dari minyak nilam dan akan dihasilkan minyak nilam dengan kandungan patchouli alcohol yang lebih tinggi.

Kadar patchouli alcohol dalam minyak nilam juga dapat ditingkatkan dengan menaikkan temperatur distilasi karena komponen patchouli alcohol memiliki titik didih yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan komponen terpen dalam minyak nilam. Namun temperatur yang terlalu tinggi dapat menyebabkan minyak nilam mengalami kerusakan atau *burnt* yang ditandai dengan perubahan warna menjadi kuning kecoklatan.

Perbandingan karakteristik minyak nilam awal, hasil redistilasi vakum, dan standar SNI ditunjukkan oleh Tabel 7 berikut.

Tabel 7. Perbandingan karakteristik minyak nilam.

Karakteristik	Standar minyak SNI	Minyak nilam awal	Minyak nilam hasil percobaan
Warna	Kuning muda-coklat tua	Kuning	Kuning-kuning kecoklatan
Indeks bias	1,506-1,532	1,501	1,481-1,510
Densitas (g/ml)	0,943-0,983	0,940	0,950 - 0,954
Kadar PA (%)	Min. 31	17,95	23,06 - 28,97

Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa waktu, temperatur, serta interaksi temperatur dan waktu merupakan variabel yang paling berpengaruh dalam proses redistilasi vakum minyak nilam. Adapun model regresi yang mewakili variabel percobaan terhadap respon adalah : $Kadar\ PA = 24,80 + 0,93A + 1,33C + 0,97AC$, dengan A = temperatur dan C = waktu.

Minyak nilam yang dihasilkan penelitian ini memiliki kandungan patchouli alcohol yang masih di bawah standar SNI sehingga perlu dilakukan penelitian lanjutan agar dapat diperoleh minyak nilam yang sesuai standar SNI.

Ucapan Terima kasih

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Direktorat Pembinaan Penelitian dan Pengabdian Masyarakat Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Departemen Pendidikan Nasional yang telah membiayai penelitian ini.

Daftar Pustaka

BPS, (2005), "Bulletin Ringkas Tahun 2001, Tahun 2002, Tahun 2003, Tahun 2004, dan Tahun 2005", Biro Pusat Statistik, Jakarta.

Brown, G.G., (1978), "Unit Operations", 14th Edition, Modern Asia Edition, Tokyo.

Buchi, G. and Nobel Wakabayashi, (1961), "The Structure of Two Alkaloids from Patchouli Oil", *Journal American Chemical Society*, hal 88:13, 3109.

Ketaren S., (1985), "Pengantar Teknologi Minyak Atsiri", PN Balai Pustaka, Jakarta.

Montgomery, D.C., (2001), "Design and Analysis of Experiments", 5th edition, John Wiley & Sons, New York.

Rusli, S., (2002), "Diversifikasi Ragam dan Peningkatan Mutu Minyak Atsiri," *Workshop Nasional Minyak Atsiri, 30 Oktober 2002*, Dirjen Industri Kecil Dagang Menengah, Depperindag,

Singh, M., Sharma, S., and Rames, S., (2002), "Herbage, oil yield and oil quality of patchouli [*Pogostemon cablin* (Blanco) Benth.] influenced by irrigation, organic mulch and nitrogen application in semi-arid tropical climate", *Industrial Crops and Products*, 16, hal. 101 – 107

Standar Nasional Indonesia, (1991), "Minyak Nilam", Dewan Standarisasi Nasional, Jakarta.