

**KAJIAN RASIO REFLUKS PADA ISOLASI BEBERAPA
SENYAWA MINYAK NILAM (*Pogostemon cablin* Benth.)
DENGAN METODE DISTILASI FRAKSINASI**

ORAL

Irene June Sidabutar, Asri Widyasanti, Sarifah Nurjanah

Mahasiswa Departemen Teknik Pertanian dan Biosistem, Universitas Padjadjaran
Staf Pengajar Departemen Teknik Pertanian dan Biosistem, Universitas Padjadjaran
E-mail: irenesidabutar28@gmail.com

ABSTRAK

Nilam merupakan salah satu jenis tanaman penghasil minyak atsiri, dikenal sebagai Patchouli oil diperoleh dengan cara penyulingan. Minyak nilam yang dihasilkan oleh petani umumnya masih memiliki kualitas yang rendah. Beberapa penelitian telah dilakukan untuk meningkatkan mutu minyak nilam yaitu dengan menggunakan metode distilasi fraksinasi. Distilasi fraksinasi yaitu komponen suatu senyawa dipisahkan menjadi fraksi berdasarkan titik didihnya dan berat molekul masing senyawa. Distilasi fraksinasi dipengaruhi oleh beberapa faktor penting seperti rasio refluks. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh rasio refluks terhadap kondisi proses distilasi fraksinasi. Metode penelitian yang digunakan adalah metode eksperimen dengan analisis deskriptif. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan tiga variabel penelitian yaitu rasio refluks (20:1), (30:1) dan (40:1) dengan pengulangan sebanyak dua kali, serta diatur untuk menghasilkan 5 fraksi (cut) pada masing-masing variabel. Parameter yang diukur meliputi laju pembentukan, rendemen proses, dan massa residu. Hasil penelitian menunjukkan bahwa rasio refluks tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap rendemen distilat minyak nilam namun memberikan perbedaan yang signifikan pada lama proses distilasi fraksinasi. Lama proses distilasi fraksinasi paling singkat yaitu 10,5 jam serta menghasilkan rendemen tertinggi sebesar 97%. Laju pembentukan destilat dari masing – masing perlakuan diperoleh hasil terbaik pada fraksi 1 dengan rasio refluks (20:1) yaitu sebesar 0.35 mL/Menit.

Kata Kunci: Distilasi fraksinasi, Refluks, Minyak nilam

ABSTRACT

Patchouli is one type of essential oil producing plant, known as Patchouli oil obtained by distillation. Patchouli oil produced by farmers generally still has a low quality. Several studies have been carried out to improve the quality of patchouli oil by using the fractionation distillation method. Fractionation distillation is a component of a compound separated into fractions based on its boiling point and molecular weight of each compound. Fractionation distillation is influenced by several important factors such as reflux ratio. This study aims to determine the effect of the reflux ratio on the conditions of the fractionation distillation process. The research method used was an experimental method with descriptive analysis. This research was conducted using three research variables namely reflux ratio (20: 1), (30: 1) and (40: 1) with repetition twice, and arranged to produce 5 fractions (cut) on each variable. The

parameters measured include the formation rate, process yield, and residual mass. The results showed that the reflux ratio did not have a significant effect on the yield of patchouli oil distillate but gave a significant difference in the duration of the fractionation distillation process. The shortest fractionation distillation process time is 10.5 hours and produces the highest yield of 97%. The best rate of distillation formation from each treatment obtained in fraction 1 with a reflux ratio (20: 1) that is equal to 0.35 mL / Min.

Keywords: *Fractionation distillation, Reflux, Patchouli oil*

PENDAHULUAN

Minyak nilam merupakan salah satu jenis minyak atsiri yang memiliki tingkat produksi yang tinggi dan menjadi komoditas ekspor non migas Indonesia yang mampu menghasilkan devisa negara. Indonesia menyuplai sekitar 90% kebutuhan minyak nilam dunia (Rukmana, 2004). Minyak nilam dalam dunia perdagangan dikenal dengan nama *patchouli oil* merupakan bahan baku yang penting untuk industri wewangian dan kosmetika. Minyak nilam memiliki sifat daya fiksasi yang kuat terhadap bahan pewangi lain, sehingga dapat mengikat bau dan mencegah penguapan pada zat pewangi agar aroma dapat bertahan lebih lama (Mahanta et al., 2007).

Minyak nilam memiliki beberapa kandungan senyawa seperti penelitian yang dilakukan oleh Aisyah dkk. (2008) menghasilkan 15 komponen penyusun minyak nilam yang teridentifikasi melalui analisis Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS). Menurut Nurjanah dkk (2017) terdapat 5 senyawa dominan pada minyak nilam yaitu yaitu *patchouli alcohol* sebesar 20,32%, Δ -*guaiene* sebesar 13,43%, α -*guaiene* sebesar 17,89%, *seychellene* sebesar 9,9% dan α -*patchoulene* sebesar 6,67%. Komponen dalam minyak nilam yang berfungsi sebagai zat fiksatif adalah *patchouli alcohol* (PA) yang juga merupakan komponen utama penentu mutu dan aroma dari minyak nilam. Peningkatan kadar *patchouli alcohol* dapat dilakukan dengan berbagai metode salah satunya metode distilasi fraksinasi. Distilasi fraksinasi adalah pemisahan komponen suatu campuran dengan membagi komponen-komponen tersebut ke dalam fraksi-fraksi yang dibedakan berdasarkan perbedaan titik didihnya (Ramsden, 2012). Proses destilasi fraksinasi ini dapat memisahkan komponen – komponen minyak nilam yang diinginkan misalnya *patchouli alcohol*, Δ -*guaiene*, α -*guaiene*, *seychellene* dan α -*patchoulene* dengan titik didih dan berat molekul tertentu dari masing – masing komponennya. Proses distilasi fraksinasi dipengaruhi oleh beberapa variabel penting yang mempengaruhi fraksi atau distilat yang dihasilkan, seperti suhu, tekanan, kolom

fraksinasi, dan rasio refluks. Penentuan rasio refluks 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 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 vakum minyak nilam telah banyak dilakukan. Namun, belum banyak ditemukan kondisi operasi yang paling optimal dalam proses pemisahan senyawa pada minyak nilam, khususnya yang mengkaji penggunaan rasio refluks.

Berdasarkan penelitian Nurjanah, dkk (2017) dilakukan distilasi fraksinasi yang ditentukan berdasarkan suhu komponen di dalam minyak nilam yaitu antara 280 – 300 °C yang dibentuk menjadi tiga fraksi yaitu fraksi 1 (230 – 283°C), fraksi 2 (283 – 290°C), fraksi 3 (290 – 300°C). Berdasarkan hasil pengujian GCMS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*) fraksi 1 masih terdapat senyawa yang berharga dan kandungan yang cukup tinggi sehingga diperlukannya proses pengisolasian senyawa – senyawa tersebut. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh rasio refluks pada isolasi senyawa yang dominan pada minyak nilam. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh rasio refluks proses pengisolasian senyawa dominan pada destilasi fraksinasi, sehingga dapat mengetahui perlakuan rasio refluks yang optimal dan efisien.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak nilam hasil destilasi fraksinasi pada penelitian dari Nurjanah, dkk (2017) mengenai rekayasa produksi minyak nilam dilakukan distilasi fraksinasi vakum sebagai upaya untuk meningkatkan kadar *patchouli alcohol*. Hasil penelitian tersebut menghasilkan tiga fraksi yaitu fraksi 1, fraksi 2, dan fraksi 3. Pada penelitian ini bahan yang digunakan sebagai bahan baku adalah minyak nilam hasil distilasi fraksinasi yaitu fraksi 1.

Alat yang digunakan untuk proses destilasi fraksinasi minyak nilam adalah B/R Instrument - Spinning Band Distillation System Model 36-100 yang terintegrasi dengan computer melalui program control BR M690, neraca, corong, dan gelas ukur.

Metode

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode eksperimental dengan analisis deskriptif. Proses destilasi fraksinasi dilakukan dengan pemberian perlakuan refluks (20:1), (30:1), dan (40:1), masing masing perlakuan refluks dilakukan sebanyak dua kali ulangan.

Tahapan Penelitian

Proses destilasi fraksinasi dilakukan dengan menggunakan *B/R Instrument Spinning Band Distillation System Model 36-100*. Sampel yang digunakan pada setiap proses destilasi yaitu 100 ml. Pada proses destilasi fraksinasi digunakan tiga variabel refluks yang berbeda. Pada program, destilasi fraksinasi diatur untuk menghasilkan 5 fraksi (*cut*) pada masing masing variabel rasio refluks, sehingga pada program terdapat 5 proses pengumpulan destilat yaitu fraksi 1, fraksi 2, fraksi 3, fraksi 4, fraksi 5.

Tabel 1. Kondisi proses destilasi fraksinasi

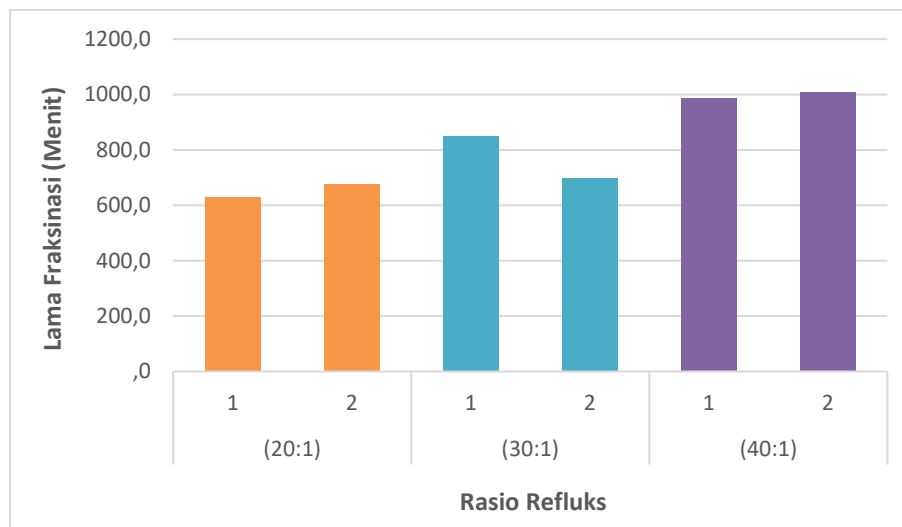
Variabel Proses	Nilai yang digunakan	Satuan
Pressure	10	mmHg
Coloumn Length	90	cm
Initial Heat	25	%
Equibration Time	15	Menit
Max Pot Temp	300	°C
Fraksi 1	249-254	°C
Fraksi 2	254-259	°C
Fraksi 3	259-264	°C
Fraksi 4	264-269	°C
Fraksi 5	269-274	°C
Heat Rate	27	%
Condensor Temp	35	°C

Proses penentuan suhu fraksi ini didasarkan pada titik didih senyawa – senyawa yang dominan pada minyak nilam yang diharapkan hasil dari tiap fraksi berturut – turut yaitu *seychellene*, *α -patchoulene*, *Δ -guaiene*, *α -guaiene*, dan *patchouli alcohol*. Pada masing-masing fraksi yang dihasilkan dilakukan analisis terhadap rendemen, waktu total proses destilasi dari masing-masing variabel rasio refluks. Kondisi proses destilasi fraksinasi disajikan pada Tabel 1 untuk ketiga variabel refluks.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Total Waktu Disitlasi 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. Waktu proses distilasi fraksinasi adalah total waktu yang dibutuhkan selama proses distilasi fraksinasi berlangsung terdiri dari beberapa tahapan dimulai dari tahapan pemanasan bahan awal, *equilibration time*, proses distilasi fraksinasi, serta lama waktu pengumpulan distilat tiap fraksi. Total lama waktu yang dibutuhkan selama proses distilasi fraksinasi pada masing-masing perlakuan disajikan pada Gambar 1.



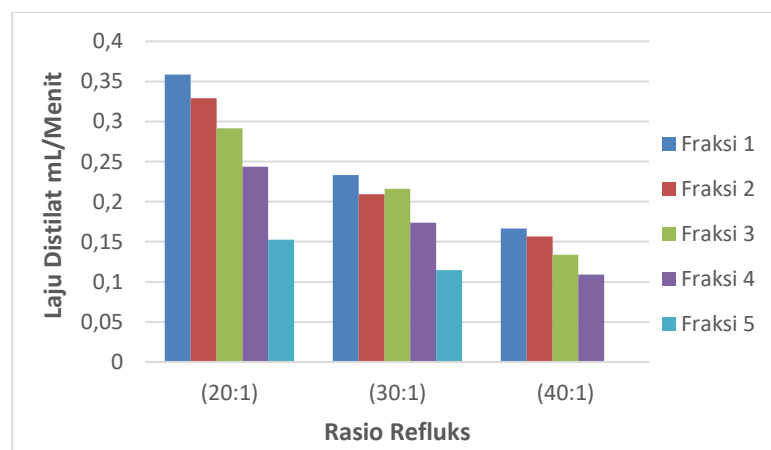
Gambar 1. Waktu Proses Distilasi Fraksinasi Minyak Nilam

Pada Gambar 1 menunjukkan bahwa lama waktu proses distilasi fraksinasi memiliki perbedaan yang cukup signifikan untuk setiap perlakuannya. Hal ini dikarenakan pemberian perlakuan rasio refluks mempengaruhi lama proses pengumpulan distilat pada tiap fraksinya. Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan Gilbert dan Martin (2010), dimana nilai rasio refluks yang besar akan memperlambat proses distilasi fraksinasi sehingga dibutuhkan pula waktu yang lama untuk pengumpulan distilat. Berdasarkan hasil pengukuran, diketahui bahwa lama waktu proses distilasi fraksinasi tercepat terdapat pada perlakuan dengan rasio refluks terendah, yaitu refluks 20:1, disusul oleh perlakuan refluks 30:1, dan perlakuan dengan lama waktu proses terlama adalah perlakuan dengan rasio refluks tertinggi, yaitu 40:1. Adapun waktu tercepat pada proses distilasi fraksinasi diperoleh dari perlakuan refluks 20:1 pada

ulangan pertama yaitu 10,5 jam, sedangkan distilasi fraksinasi terlama ada pada perlakuan refluks 40:1 ulangan kedua yaitu 16,8 jam. Berdasarkan hasil yang diperoleh lama waktu proses distilasi fraksinasi yang didapatkan sesuai dengan literatur, dimana semakin rendah rasio refluks yang digunakan, maka semakin sedikit pula lama waktu atau semakin cepat lama waktu yang dibutuhkan proses distilasi fraksinasi.

Laju Pembentukan Tiap Fraksi Hasil Distilasi Fraksinasi

Laju pembentukan tiap fraksi merupakan waktu yang dibutuhkan untuk mengumpulkan sejumlah volume dari fraksi yang dihasilkan. Pada laju pembentukan sama halnya dengan lama waktu proses distilasi, dimana laju pembentukan tiap fraksi juga dipengaruhi oleh besar rasio refluks yang digunakan. Pengukuran laju pembentukan tiap fraksi dilakukan dengan mengamati waktu yang dibutuhkan setiap distilat terkumpul 4 mL pada tiap fraksi. Nilai laju pembentukan tiap fraksi untuk masing-masing perlakuan disajikan pada Gambar 2.

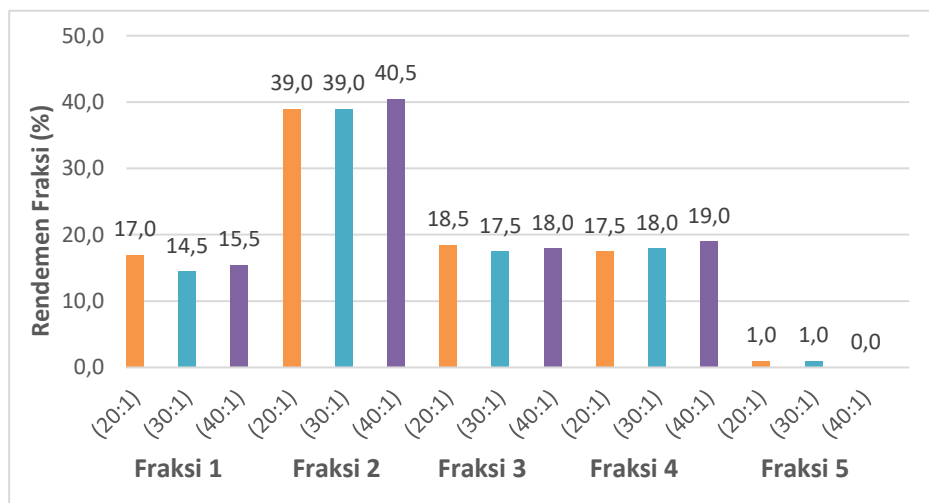


Gambar 2. Grafik Laju Pembentukan Tiap Fraksi

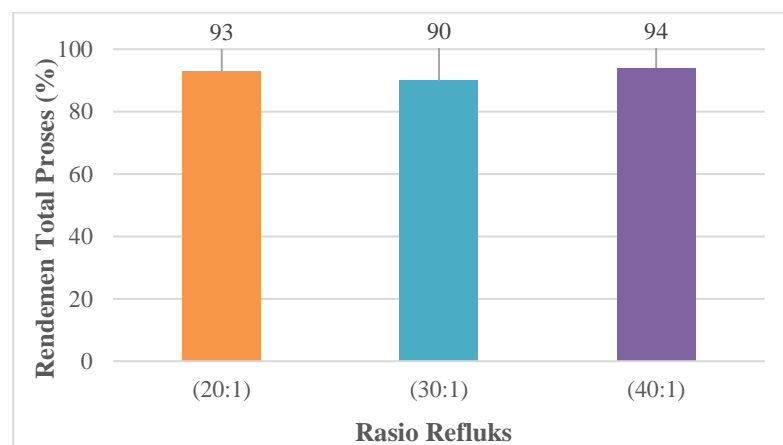
Pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa grafik tersebut menunjukkan semakin besar rasio refluks yang digunakan, maka semakin lama pula pembentukan atau pengumpulan distilat. Hal tersebut dikarenakan pada rasio refluks yang lebih besar katup refluks menutup lebih lama dibandingkan saat terbuka untuk mengeluarkan distilat. Hasil ini sesuai dengan pernyataan Gilbert dan Martin (2010) semakin besar rasio refluks yang digunakan, maka semakin lambat proses pengumpulan distilat. Berdasarkan hasil pengukuran, diketahui bahwa laju pembentukan distilasi fraksinasi terbesar terdapat pada perlakuan dengan rasio refluks terendah, yaitu refluks 20:1 fraksi 1 yaitu sebesar 0,35 mL/Minute sedangkan laju pembentukan terkecil yaitu refluks 40:1 fraksi 4 yaitu sebesar 0,1 mL/minute.

Rendemen Hasil Destilasi Fraksinasi

Rendemen proses destilasi fraksinasi minyak nilam merupakan rendemen yang dihasilkan dari minyak nilam murni hasil penyulingan hingga proses destilasi fraksinasi selesai. Rendemen yang dihasilkan dari proses distilasi fraksinasi dinyatakan sebagai rendemen cut dan rendemen total proses yang merupakan akumulasi dari kelima cut yang diperoleh. Hasil rendemen fraksi dan rendemen total proses distilasi disajikan dalam grafik pada Gambar 3 dan 4.



Gambar 3. Grafik Rendemen Fraksi Proses Distilasi Fraksinasi Minyak Nilam



Gambar 4. Grafik Rendemen Total Proses Distilasi Fraksinasi Minyak Nilam

Grafik Gambar 3 dan 4 ditunjukkan bahwa rendemen tiap fraksi dan rendemen total untuk masing masing perlakuan tidak memiliki perbedaan yang signifikan. Pada Gambar 3 dapat dilihat bahwa rendemen terbanyak adalah fraksi 2 sekitar 39% untuk tiap perlakuan sedangkan rendemen terkecil terdapat pada fraksi 5 sekitar 1%. Adapun pada Gambar 4 menunjukkan rata-rata rendemen total tertinggi yaitu pada rasio 40:1 yaitu 94%. Nilai rendemen yang tidak memiliki perbedaan signifikan dikarenakan rasio

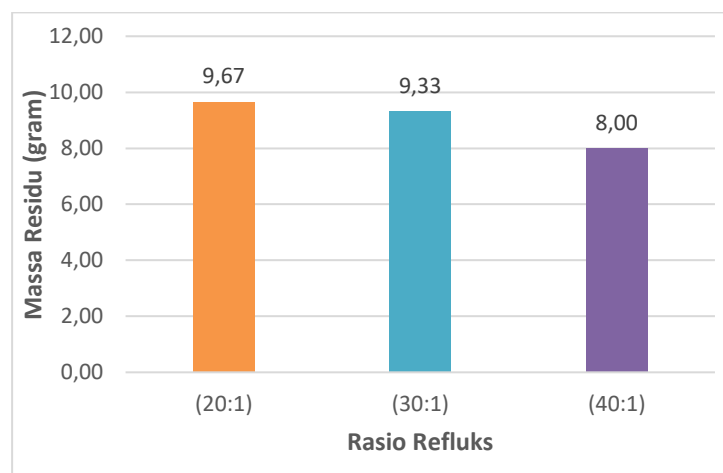
refluks sebagai variabel bebas yang tidak mempengaruhi rendemen yang dihasilkan melainkan mempengaruhi kemurnian komponennya, variabel yang mempengaruhi rendemen diantaranya tekanan dan suhu yang digunakan pada proses distilasi. Pada penelitian ini digunakan tekanan dan suhu distilasi yang sama sehingga nilai rendemen yang dihasilkan tidak berbeda jauh. Gambar hasil proses distilasi fraksinasi disajikan pada Gambar 5.



Gambar 5. Hasil Distilasi Fraksinasi

Massa Residu

Pada proses distilasi fraksinasi juga dihasilkan residu, yaitu bahan yang tertinggal dalam labu didih yang tidak dapat terdistilasi lagi bahkan dengan suhu yang tinggi. Perhitungan massa residu dilakukan dengan mengamati dan menimbang residu yang tertinggal pada *boiling pot* setelah proses distilasi fraksinasi selesai dilakukan. Massa residu yang didapatkan berhubungan dengan rendemen total yang didapatkan, dimana pada proses yang menghasilkan rendemen yang tinggi memiliki residu yang paling sedikit. Massa residu dari hasil proses fraksinasi disajikan pada Gambar 6.



Gambar 6. Massa Residu dari Masing-Masing Perlakuan

Pada Gambar 6 ditunjukkan bahwa massa residu paling besar adalah pada perlakuan 20:1 dengan residu paling sedikit ada pada perlakuan 40:1. Residu yang dihasilkan dari proses distilasi fraksinasi minyak nilam memiliki karakteristik berwarna coklat kehitaman dengan tekstur yang kental pada suhu tinggi dan berubah menjadi keras ketika dibiarkan di suhu ruang, oleh karena itu residu harus segera dikeluarkan dari labu didih dengan cara melarutkannya pelarut organik seperti aseton ataupun toluena. Kenampakan fisik residu dari proses distilasi fraksinasi disajikan pada Gambar 7.



Gambar 7. Kenampakan Residu

KESIMPULAN DAN SARAN

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. Proses distilasi fraksinasi dengan pemberian variabel refluks 20:1, 30:1 dan 40:1 memberi pengaruh pada lama proses distilasi, laju pementukan distilasi dimana semakin besar nilai refluks yang diberikan maka akan semakin lama pula waktu yang dibutuhkan untuk distilasi fraksinasi. Akan tetapi pemberian perbedaan variabel refluks ini pula tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap rendemen dari hasil fraksinasi. Rasio refluks (20:1) pada proses distilasi fraksinasi sudah cukup baik dalam proses distilasi fraksinasi 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 93,00%.

Proses destilasi fraksinasi minyak nilam ini pula menghasilkan 5 fraksi yang diharapkan diperoleh lima senyawa yang dominan dalam minyak nilam. Maka dari itu, perlu dilakukan pengujian GC-MS untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam tiap fraksi, diharapkan diperolehnya senyawa pada fraksi 1 hingga fraksi 5 berturut –

turut yaitu *seychellene*, *α -patchoulene*, *Δ -guaiene*, *α -guaiene*, dan *patchouli alcohol* yang merupakan 5 senyawa dominan yang terkandung didalam minyak nilam.

DAFTAR PUSTAKA

- Aisyah, Y., P. Hastuti., H. Sastrohamidjojo., C. Hidayat. 2008. Komposisi kimia dan sifat antibakteri minyak nilam (*Pogostemon cablin*). *Majalah Farmasi Indonesia* Vol. 19 No. 3 Hal 151-156. Yogyakarta : Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Gadjah Mada.
- Gilbert, J.C. and S.F. Martin,. 2010. *Experimental organic chemistry: a miniscale and microscale approach*, 5th edition. USA: Cengage Learning.
- 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.
- Nurjanah, S., M. Muhaemin, dan A. Widyasanti. 2017. Laporan Akhir Tahun : Rekayasa Produksia Nilam Kristal Guna Meningkatkan Ekspor Komoditi Hilir Minyak Atsiri. Jatinangor : Universitas Padjadjaran.
- Pavia, D.L. 2005. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a Small Scale Approach*, Second edition. USA :Brooks/Cole, Thomson Learning Inc.
- Ramsden, E.N. 2012. *Key Science Chemistry*, 3rd Edition. United Kingdom: Nelson Thames.
- Rukmana, R. 2004. *Nilam: prospek agribisnis dan teknik budi daya*. Yogyakarta : Kanisius