



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA VI

"Pemantapan Riset Kimia dan Asesmen Dalam Pembelajaran
Berdasarkan Pendekatan Saintifik"

Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS
Surakarta, 21 Juni 2014



MAKALAH
PENDAMPING

KIMIA ORGANIK
BAHAN ALAM

ISBN : 979363174-0

STUDI PENINGKATAN NILAI TAMBAH PRODUK MINYAK NILAM

Bangkit Gotama^{1*} dan Mahfud¹

¹Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Surabaya, Indonesia

* Korespondensi : Telp +62 81333253494; email : bangkitk47@gmail.com

ABSTRAK

Minyak nilam merupakan salah satu komoditas minyak atsiri yang penting di Indonesia. Namun, timbul berbagai kendala dalam industri minyak nilam Indonesia, antara lain rendemen dan kualitas minyak yang kurang bermutu dan produksi yang tidak kontinu sehingga berdampak pada harga yang rendah dan fluktuatif. Hal tersebut yang telah menurunkan daya saing industri minyak nilam Indonesia dalam pasar global. Oleh karena itu, perlu dilakukan upaya untuk meningkatkan daya saing produk minyak nilam. Salah satunya adalah meningkatkan nilai tambah produk minyak nilam dengan pemurnian *patchouli alcohol* (PA) dari minyak nilam. Proses distilasi dilakukan untuk meningkatkan kadar PA dalam minyak nilam dan kristalisasi merupakan proses pemurnian PA. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh metode distilasi, yaitu distilasi fraksinasi vakum dan distilasi dengan air (*water distillation*) pada peningkatan kadar PA dalam minyak nilam serta upaya kristalisasi PA. Metode distilasi fraksinasi vakum dilakukan dengan pemanasan pada tekanan operasi vakum *gauge* (-70cmHg). Sedangkan pada metode *water distillation*, campuran minyak nilam – air (1:3 v/v) dipanaskan pada tekanan operasi atmosferik. Distilat yang dihasilkan pada kedua metode tersebut dianalisa densitas dan kadar PA-nya. Dari kedua metode tersebut, distilasi fraksinasi vakum menghasilkan distilat dengan kadar PA yang lebih tinggi (31,17 – 72,66%) dibandingkan dengan metode *water distillation* (33,60 – 48,99%). Dari kristalisasi campuran distilat hasil distilasi fraksinasi vakum pada fraksi 3 dan 4 telah diperoleh kristal PA dengan yield kristal sebesar 67.33%.

Kata Kunci: minyak nilam, distilasi, kristalisasi, patchouli alcohol

PENDAHULUAN

Minyak nilam merupakan salah satu komoditas minyak atsiri yang sangat potensial karena selain memiliki harga jual yang tinggi, tingkat kebutuhan dunia terhadap produk ini terus meningkat dengan kenaikan sebesar 5% tiap tahunnya. Oleh karena itu, peluang pasar minyak nilam bagi Indonesia cukup besar. Minyak nilam mempunyai prospek yang baik sebagai komoditas ekspor, karena selalu dibutuhkan dalam industri parfum, kosmetik, sabun, deodoran dan lain – lain. Hal tersebut dikarenakan minyak nilam berfungsi sebagai fiksatif (zat pengikat) terhadap bahan pewangi, sehingga digunakan secara luas dalam industri parfum dan kosmetika [1]. Fungsi fiksatif adalah menahan laju penguapan zat pewangi agar lebih tahan lama. Pada industri parfum, fungsi minyak nilam tidak dapat digantikan oleh senyawa sintetik karena sangat berperan dalam menentukan kekuatan, sifat dan ketahanan wangi parfum tersebut [1].

Mutu minyak nilam sangat dipengaruhi oleh kandungan PA yang merupakan komponen utama dalam minyak nilam. Kandungan minimum PA dalam minyak nilam yang dipersyaratkan dalam perdagangan internasional adalah 30%. Walaupun minyak nilam memiliki prospek yang sangat bagus, tetapi terdapat beberapa kendala dalam industri ini di Indonesia. Beberapa kendala dalam industri minyak nilam antara lain kuantitas perolehan minyak (rendemen) yang rendah, kualitas minyak yang beragam, produksi yang tidak kontinyu serta harga yang fluktuatif sehingga menurunkan daya

saing industri minyak nilam nasional. Langkah – langkah yang harus ditempuh antara lain, meningkatkan kualitas produk minyak nilam mulai dari perbaikan budidaya tanaman nilam hingga proses pemurnian minyak nilam. Selain itu, peningkatkan nilai tambah produk minyak nilam dengan memperoleh komponen turunan atau derivatnya yang bernilai jual tinggi dengan metode ekstraksi dan fraksinasi [2]. PA sendiri merupakan senyawa yang memiliki nilai komersil tinggi karena berpotensi untuk dikembangkan sebagai bahan obat – obatan (*drugs*), seperti *anti inflammatory* [3] dan *anti influenza* [4].

Beberapa metode purifikasi PA seperti metode distilasi molekuler [5], deterpenasi [6], distilasi fraksinasi [7].

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh metode distilasi, yaitu distilasi fraksinasi vakum dan distilasi dengan air (*water distillation*) pada peningkatan kadar PA dalam minyak nilam serta upaya kristalisasi PA.

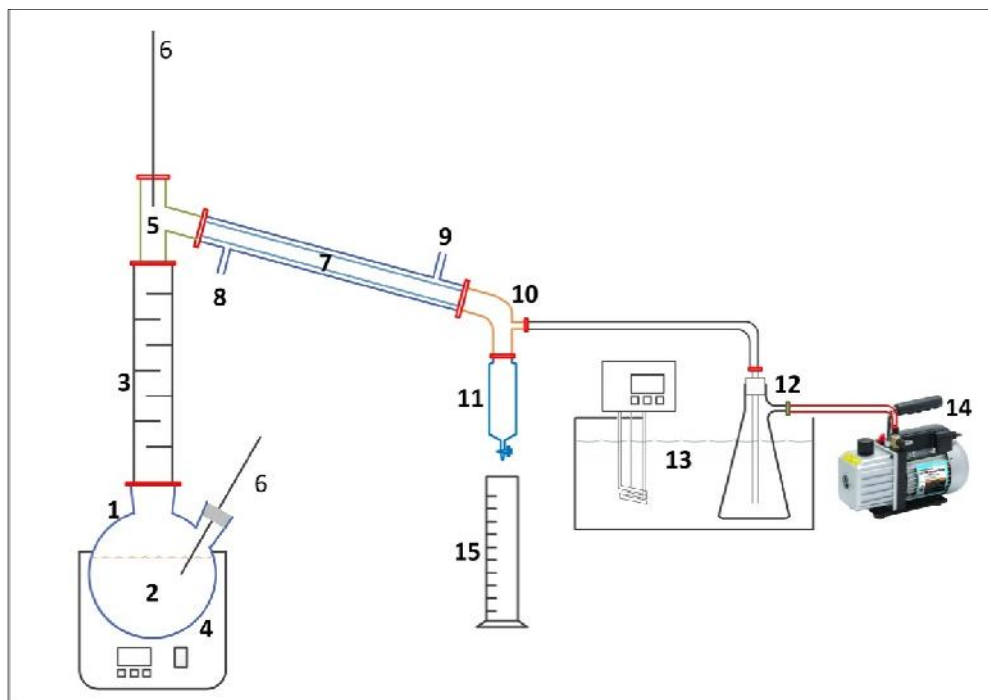
METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan proses distilasi dengan dua metode yang berbeda, yaitu distilasi fraksinasi vakum dan distilasi air (*water distillation*). Bahan baku yang digunakan adalah minyak nilam yang berasal dari daerah Wonosari, Malang serta aquades. Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat distilasi fraksinasi vakum dan distilasi air (*water distillation*).

Pada distilasi fraksinasi vakum diawali dengan menyusun peralatan distilasi seperti

pada gambar 1. Kemudian memasukkan minyak nilam sebanyak 500 ml ke dalam labu distilasi. Kemudian menghidupkan pompa vakum. Tekanan vakum yang terbaca adalah -70 cmHg (*gauge*). Langkah berikutnya menghidupkan *heating mantle* untuk memanaskan labu distilasi dan kemudian mencatat suhu ketika distilat pertama kali

menetes (*boiling point*). Setelah itu mengambil distilat yang telah menetes sesuai fraksi suhu yang diinginkan. Selanjutnya menganalisa kandungan PA pada distilat berbagai fraksi dan residu minyak nilam yang telah diperoleh dengan *gas chromatography* (GC).



Keterangan

- | | |
|-------------------------|------------------------|
| 1. Labu distilasi | 9. Air pendingin masuk |
| 2. Minyak nilam | 10. Vacuum receiver |
| 3. Kolom fraksinasi | 11. Penampung distilat |
| 4. Heating mantle | 12. Vacuum trap |
| 5. Still head | 13. Water bath |
| 6. Termometer | 14. Pompa vakum |
| 7. Kondensor liebig | 15. Gelas ukur |
| 8. Air pendingin keluar | |

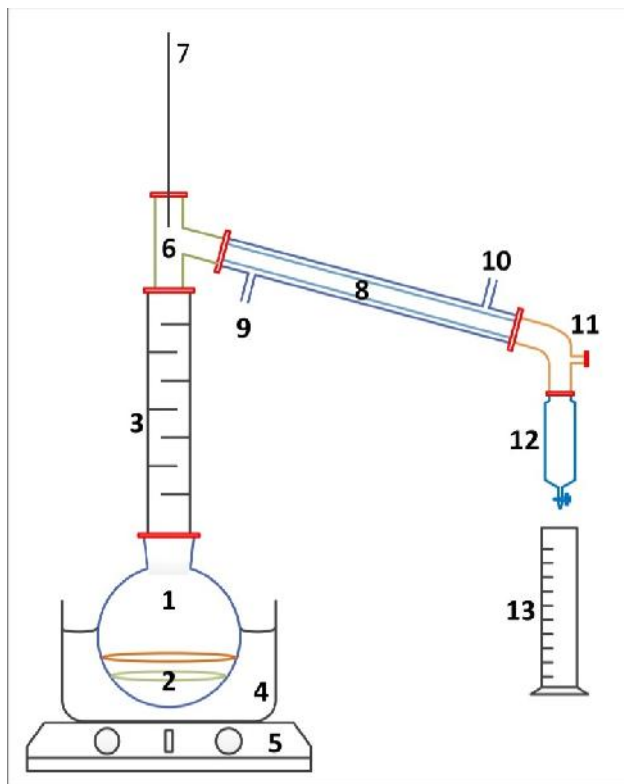
Gambar 1. Peralatan distilasi fraksinasi vakum

Sedangkan pada distilasi air, langkah – langkah dalam penelitian ini adalah

menyusun peralatan distilasi air seperti pada gambar 2. Kemudian memasukkan campuran minyak nilam dan aquadest dengan ratio

volume 1 : 3 ke dalam labu distilasi. Volume minyak nilam yang akan didestilasi adalah 150 ml. Langkah berikutnya menghidupkan pemanas listrik untuk memanaskan labu distilasi dan mencatat suhu ketika distilat

pertama kali menetes. Setelah itu mengambil distilat minyak nilam. Selanjutnya menganalisa kandungan PA pada distilat dan residu minyak nilam yang telah diperoleh dengan GC.



Keterangan :

- | | |
|----------------------------|-------------------------|
| 1. Labu distilasi | 8. Kondensor liebig |
| 2. Minyak nilam + Aquadest | 9. Air pendingin keluar |
| 3. Kolom fraksinasi | 10. Air pendingin masuk |
| 4. Oil bath | 11. Vacuum receiver |
| 5. Pemanas listrik | 12. Penampung distilat |
| 6. Still head | 13. Gelas ukur |
| 7. Termometer | |

Gambar 2. Peralatan distilasi air

HASIL DAN PEMBAHASAN

Distilasi Fraksinasi Vakum

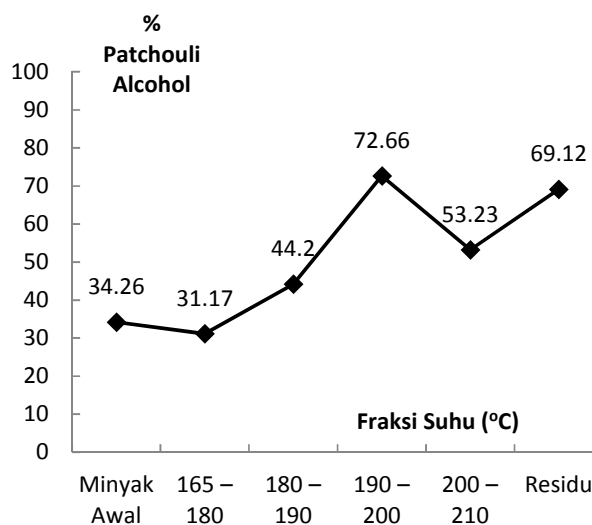
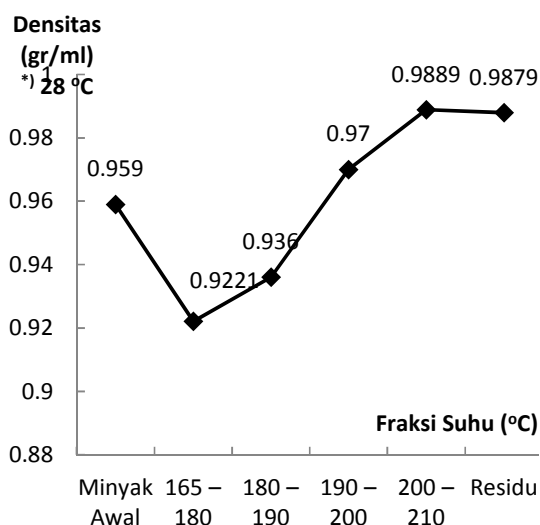
Proses distilasi fraksinasi vakum minyak nilam merupakan salah satu proses peningkatan kadar (purifikasi) PA dari minyak nilam. Di dalam minyak nilam terdapat berbagai senyawa organik terpen

hidrokarbon maupun hidrokarbon beroksigen yang memiliki titik didih yang hampir berdekatan. Metode ini menggunakan suhu operasi yang rendah untuk menghindari kerusakan dalam minyak nilam [7].

Minyak nilam awal dengan kadar PA sebesar 34.56 % sebanyak 500 ml didistilasi fraksinasi vakum pada tekanan vakum - 70cmHg (*gauge*). Tekanan tersebut dipilih dikarenakan tekanan tersebut adalah tekanan maksimum yang dapat dicapai oleh peralatan distilasi fraksinasi vakum. Dari hasil distilasi didapatkan 4 fraksi distilat minyak nilam dengan rentang titik didih masing – masing adalah : fraksi I (165 – 180°C) dengan volume distilat 161 ml, fraksi II (180 – 190°C) dengan volume distilat 136 ml, fraksi III (190 – 200°C) dengan volume distilat 55 ml dan fraksi IV (200 – 210 °C) dengan volume distilat 37 ml. Residu yang diperoleh sebesar 72 ml dengan titik didih lebih dari 210°C. Volume minyak nilam yang hilang sebesar 39 ml (7,8%).

Gambar 3. Hubungan antara fraksi suhu dengan densitas distilat minyak nilam pada distilasi fraksinasi vakum.

Kemudian distilat dari tiap – tiap fraksi tersebut dilakukan analisa untuk mengetahui densitas dan kadar PA. Dari gambar 3 menunjukkan perubahan densitas distilat minyak nilam dari tiap – tiap fraksi distilat. Dengan kenaikan suhu maka densitas distilat akan mengalami peningkatan. Hal tersebut dikarenakan pengaruh dari titik didih senyawa – senyawa terpen dalam minyak nilam. Semakin meningkat suhu fraksi maka semakin banyak senyawa dengan titik didih tinggi terdistilasi. Beberapa senyawa terpen dengan titik didih tinggi, antara lain : *norpatchoulenol*, *caryophyllene oxide*, PA, dan *pogostol*. Oleh karena itu, dapat diasumsikan bahwa dengan meningkatnya densitas fraksi distilat maka kadar PA akan semakin meningkat juga.



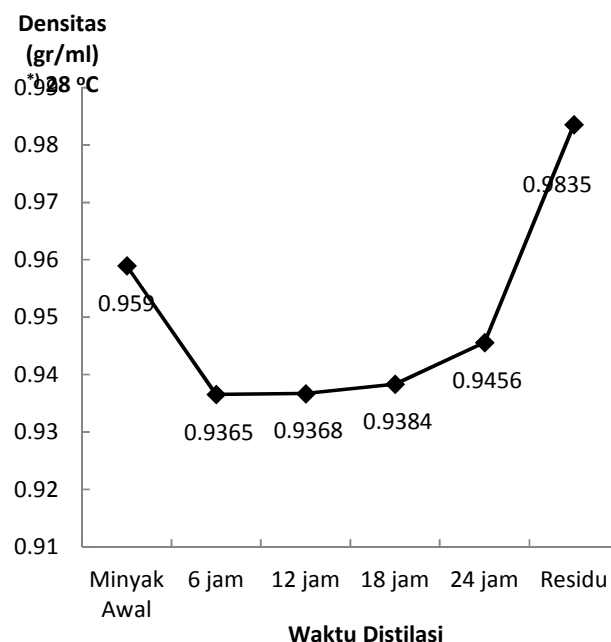
Gambar 4. Hubungan antara fraksi suhu dengan kadar PA distilat minyak nilam pada distilasi fraksinasi vakum

Dari gambar 4 menunjukkan perubahan kadar PA distilat minyak nilam dari tiap – tiap fraksi distilat. Dengan kenaikan suhu maka kadar PA akan mengalami peningkatan. Hal tersebut dikarenakan titik didih PA yang tinggi sehingga pada fraksi suhu tinggi kadar PA akan meningkat. Selain itu, dari gambar 4 menunjukkan bahwa distilasi fraksinasi vakum dapat meningkatkan kadar PA dalam minyak nilam, contohnya dalam fraksi III kadar PA meningkat sebesar 112,08 % dari kadar PA minyak nilam awal.

Distilasi Air

Proses distilasi air pada minyak nilam juga merupakan salah satu proses peningkatan kadar (purifikasi) PA dari minyak nilam. Proses distilasi ini digunakan untuk memisahkan senyawa golongan terpen yang memiliki titik didih rendah dari minyak nilam, sehingga diharapkan hasil minyak nilam yang dihasilkan memiliki kadar PA lebih tinggi dikarenakan senyawa dengan titik didih rendah telah dapat diminimalisir. Pada metode ini minyak nilam dicampur dengan aquadest dalam proses distilasinya. Campuran minyak nilam dan air merupakan campuran yang tidak saling larut (*immiscible*) pada suhu kamar sehingga dengan kondisi tekanan atmosferik dan suhu operasi yang relatif rendah (100 °C) dapat diperoleh distilat minyak nilam. Distilat yang dihasilkan memiliki dengan kadar PA yang rendah, sedangkan pada residu memiliki kadar PA yang tinggi [8].

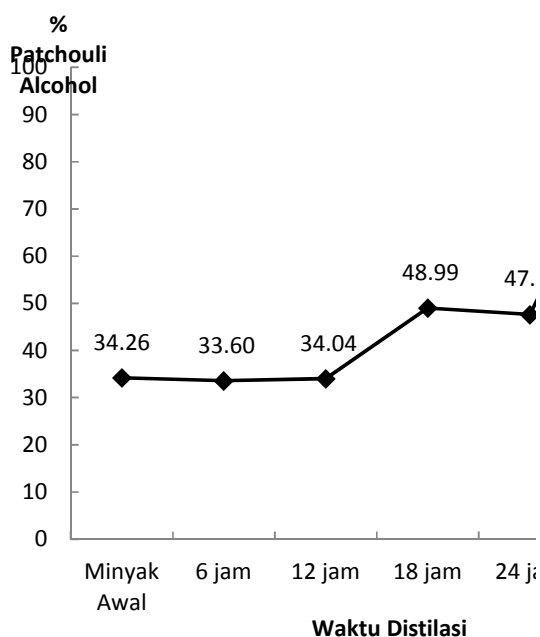
Dari minyak nilam awal dengan kadar PA sebesar 34,56 % sebanyak 150 ml yang dicampur dengan 450 ml aquadest diperoleh 4 fraksi distilat minyak nilam dengan rentang waktu distilasi (6, 12, 18 dan 24 jam) masing – masing adalah : distilat I (waktu distilasi 6 jam) dengan volume distilat 20 ml, distilat II (12 jam) dengan volume distilat 23 ml, distilat III (18 jam) dengan volume distilat 26 ml dan distilat IV (24 jam) dengan volume distilat 22 ml. Residu yang diperoleh sebesar 52 ml sehingga kehilangan minyak sebesar 7 ml (4,67%)



Gambar 5. Hubungan antara waktu distilasi dengan densitas distilat minyak nilam pada distilasi air

Kemudian distilat – distilat tersebut dilakukan analisa untuk mengetahui densitas dan kadar PA. Dari gambar 5 menunjukkan perubahan densitas distilat minyak nilam terhadap waktu distilasi. Dengan semakin meningkatnya waktu distilasi, maka akan meningkatkan densitas

distilat minyak nilam. Hal tersebut dikarenakan dengan semakin lama waktu distilasi, maka komponen dengan berat molekul atau titik didih tinggi akan semakin banyak yang terdistilasi sehingga dapat memberikan kontribusi yang cukup besar terhadap peningkatan densitas distilat minyak nilam. Sehingga sama seperti pada distilasi fraksinasi vakum dapat diasumsikan bahwa dengan meningkatnya densitas fraksi distilat maka kadar PA akan semakin meningkat juga.



Gambar 6. Hubungan antara waktu distilasi dengan kadar PA distilat minyak nilam pada distilasi air

Dari gambar 6 menunjukkan perubahan kadar PA distilat minyak nilam terhadap waktu distilasi. Dengan kenaikan waktu distilasi maka kadar PA akan mengalami peningkatan. Hal tersebut dikarenakan dengan semakin lama waktu

distilasi, maka akan semakin banyak pula senyawa dengan berat molekul atau titik didih tinggi akan terdistilasi. Termasuk PA yang merupakan senyawa dengan berat molekul dan titik didih tinggi.

Kristalisasi Minyak Nilam

Dari dua metode distilasi diatas dapat dibandingkan kadar PA yang dihasilkan. Sehingga dapat disimpulkan bahwa distilasi fraksinasi vakum merupakan metode yang terbaik dalam peningkatan kadar PA dalam minyak nilam.

Sebanyak 3,0012 gr dari campuran fraksi III dan IV distilasi fraksinasi vakum dilakukan proses kristalisasi. Kristalisasi minyak nilam dilakukan dengan memasukkan distilat tersebut ke dalam freezer selama 24 jam. Kemudian diperoleh kristal PA dengan berat sebesar 2,0207 gr kristal dengan yield kristal sebesar 67,33%.

KESIMPULAN

Metode distilasi fraksinasi vakum merupakan metode distilasi terbaik untuk meningkatkan kadar PA dalam minyak nilam karena kadar PA-nya lebih tinggi dibandingkan dengan metode distilasi air.

Dari distilat distilasi fraksinasi vakum diperoleh kristal PA dengan yield sebesar 67,33%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada Bapak Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA atas bimbingannya selama penulisan karya tulis ilmiah ini.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] Busthan, M., 2011, *Jurnal HPI*, Vol. 24, No. 2, hal. 52-58.
- [2] Gunawan, W., 2009, *Seminar Nasional : Kimia Bervisi SETS (Science, Environment, Technology, Society) Kontribusi Bagi Kemajuan Pendidikan dan Industri*, Himpunan Kimia Indonesia Jawa Tengah, Semarang.
- [3] Xian, X.F., Li, Y.C., Ip, S.P., Lin, Z.X., Lai, X.P., dan Su, Z.R., 2011, *Exp. Ther. Med.*, Vol 2, No. 3, hal. 545-550.
- [4] Kiyohara, H., Ichino, C., Kawamura, Y., Nagai, T., Sato, N., dan Yamada, H., 2012, , *J. Nat. Med.*, Vol. 66, No. 1, hal. 55-61.
- [5] Laksmono, J.A., Agustian, E., dan Adilina, I.B., 2005, *J. Tek. Ind. Pert.*, Vol. 17, No. 3, hal. 74-79.
- [6] Silviana, 2006, *Prosiding Konferensi Nasional Minyak Atsiri*, hal. 143-149.
- [7] Ma'mun dan Maryadhi, A., 2008, *Bul. Litro*, Vol. 19, No. 1, hal. 95-99.
- [8] Suhirman, S., 2009, *J. Perkembangan TRO*, Vol. 21 No. 1, hal. 15-21.

TANYA JAWAB

Pemakalah : Bangkit Gotama

Penanya : Enny Fachriyah

Pertanyaan : Mengapa destilasi fraksinasi vakum fraksi III dan IV dicampur?

Jawaban : Berdasarkan penelitian Widiyanto dan Nugroho (2010), kadar minimum % Patchouli-Alcohol (PA) dalam minyak nilam agar dapat diperoleh Kristal PA melalui kristalisasi adalah $\pm 58\%$. Pencampuran fraksi destilat III dan IV bertujuan untuk mendapatkan destilat dengan kadar PA tersebut. Dari perhitungan neraca massa, kadar PA campuran destilat III dan IV adalah 64,73%