

## Optimisasi Tekanan dan Nisbah Refluks pada Pemurnian $\Delta$ -Guaiena Minyak Nilam (*Pogostemon cablin*) secara Distilasi Fraksional

### (Optimization of Pressure and Reflux Ratio in $\Delta$ -Guaiene Refining of Patchouli Oil (*Pogostemon cablin*) through Fractional Distillation)

Rahmi Rahmawati\*, Sarifah Nurjanah, Efri Mardawati

(Diterima Juli 2022/Disetujui Oktober 2022)

#### ABSTRAK

Minyak nilam merupakan salah satu minyak atsiri penting Indonesia sebagai komoditas ekspor.  $\Delta$ -Guaiena merupakan salah satu senyawa terpena dalam minyak tersebut, yang terbukti memiliki aktivitas antimikrob terhadap beberapa jamur dan bakteri. Dengan demikian, produksi  $\delta$ -guaiena perlu dioptimisasi. Penelitian ini bertujuan menentukan nisbah tekanan dan refluks yang tepat untuk proses distilasi fraksional yang mengisolasi kandungan  $\delta$ -guaiena tertinggi. Eksperimen ini menggunakan analisis *response surface method*. Tekanan proses distilasi fraksional dan nisbah refluks diragamkan: 1;10; 20 mmHg; dan 5;1; 20;1; 35;1. Rentang suhu 270–272°C. Ragam tekanan tidak memberikan perbedaan rendemen, kecuali pada tekanan 1 mmHg menghasilkan rendemen 4% dan kandungan  $\delta$ -guaiena 20,46%; kedua kondisi tersebut adalah kondisi optimum. Karakteristik  $\delta$ -guaiena minyak nilam yang dianalisis ialah densitas, indeks bias, laju pembentukan distilat, waktu distilasi, massa residu, dan kebutuhan energi listrik, yang nilainya berturut-turut adalah 0,9519, 1,5027, 4 mL/menit, 1 menit, 6,31 g dan 6,0477 kW/jam. Semakin rendah nisbah refluks, semakin singkat proses distilasi; semakin singkat waktu prosesing time, semakin rendah kebutuhan energi; semakin tinggi nisbah refluks, semakin murni persentase  $\delta$ -guaiena. Proses yang optimum diperoleh ketika nisbah refluks semakin rendah, dengan rendemen dan kandungan  $\delta$ -guaiena tertinggi, dan waktu pemrosesan semakin singkat.

**Kata kunci:**  $\delta$ -guaiena, distilasi fraksional, minyak nilam, RSM, tekanan refluks

#### ABSTRACT

Patchouli oil is one of Indonesia's important essential oils as an export commodity.  $\Delta$ -Guaiene is one of the terpenes in the oil, which is shown to have antimicrobial activity against some fungi and bacteria. Thus, the production of  $\delta$ -guaiene needs to be optimized. This study aims to determine the appropriate pressure and reflux ratio for the fractional distillation process that isolates the highest  $\delta$ -guaiene content. The experiment used *the response surface method*. The pressure of the fractional distillation process and reflux ratio were: 1;10; 20 mmHg; and 5;1; 20;1; 35;1. The temperature ranged from 270–272°C. Various pressure did not give different yields, except at a pressure of 1 mmHg that resulted in 4% yield and  $\delta$ -guaiene content of 20.46%; both conditions were optimum. The  $\delta$ -guaiene was characterized for the density, refractive index, distillate formation rate, distillation time, residual mass, and electrical energy requirements, which were 0.9519, 1.5027, 4 mL/min, 1 minute, 6.31 g, and 6.0477 kW/h, respectively. The lower the reflux ratio, the faster the distillation process; the faster the processing time, the lower the energy requirement; and the higher the ratio of reflux, the purer the percentage of the  $\delta$ -guaiene. The optimum process was reached as the reflux ratio was lower, where the yield and  $\delta$ -guaiene content were the highest, and the processing time was faster.

**Keywords:**  $\delta$ -guaiene, fractional distillation, patchouli oil, reflux pressure, RSM

#### PENDAHULUAN

Minyak nilam ialah ekstrak minyak dari tanaman nilam. Indonesia merupakan produsen tertinggi di dunia pada tahun 2008. Minyak nilam memiliki senyawa fiksatif yang penting untuk industri wewangian, yang sampai saat ini belum ditemukan senyawa sintetik pengganti yang identik (Buchbauer

2010). Minyak tersebut merupakan salah satu komoditas unggulan yang telah ditetapkan sebagai strategi pengembangan untuk meningkatkan daya saing industri minyak atsiri Indonesia (Gunawan 2009).

Beberapa isolat senyawa dari nilam memperlihatkan bioaktivitas, antara lain sebagai antimikrob, sitotoksik, antiemetik, analgesik, antimitogenik, dan antiinflamasi. Hal ini menunjukkan bahwa minyak nilam dan produk turunannya dapat dimanfaatkan sebagai bahan obat alami yang baru (Aisyah *et al.* 2006; Chakrapani *et al.* 2013). Penyusun minyak ini ialah 15 senyawa dengan komponen utama: alkohol nilam (*patchouli alcohol*),  $\alpha$ -guaiena,  $\delta$ -guaiena, sikelena, dan  $\alpha$ -pachoulena. Dari semua komponen penyusun-

Departemen Teknologi Agroindustri, Fakultas Teknologi Industri Pertanian, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Bandung-Sumedang Km.21 Jatinangor, Sumedang 40600

\* Penulis Korespondensi:

Email: rahmi19002@mail.unpad.ac.id

nya, ada dua golongan, yaitu gugus hidrokarbon teroksigenasi dan gugus hidrokarbon berupa senyawa seskuiterpena yang jumlahnya kira-kira setengah dari bobot minyak. Senyawa hidrokarbon teroksigenasi, yang biasanya merupakan senyawa yang paling melimpah dan penentu aroma khas, adalah alkohol nilam (Guenther 1948). Adapun senyawa hidrokarbon berupa senyawa seskuiterpena ialah guaiena yang termasuk  $\alpha$ -guaiena dengan rumus kimia  $C_{15}H_{24}$  dan  $\delta$ -guaiena ( $\alpha$ -bulnesena) dengan rumus kimia  $C_{15}H_{34}$ . Senyawa-senyawa tersebut dapat diisolasi lebih lanjut untuk digunakan sebagai bahan aktif sekaligus meningkatkan nilai tambah minyak nilam.  $\Delta$ -Guaiena menunjukkan efek penghambatan yang kuat pada PAF (faktor pengaktif trombosit) dan AA (asam arakidonat) yang diinduksi dalam pembekuan darah kelinci (Hsu *et al.* 2006). Dengan kata lain,  $\delta$ -guaiena menunjukkan efek penghambatan terkuat pada agregasi trombosit, yang bertindak sebagai antagonis reseptor PAF.

Perlu diupayakan untuk meningkatkan nilai tambah minyak bumi dengan mengembangkan produk turunan yang potensial, salah satunya produk turunan  $\delta$ -guaiena. Guaiena dalam minyak nilam yang digunakan dalam industri farmasi dan penyedap rasa dapat diisolasi menggunakan distilasi fraksionasi vakum (Nurjanah *et al.* 2020). Pada penelitian sebelumnya (Ayu *et al.* 2006), telah dilakukan metode distilasi fraksionasi vakum pada fraksi yang didominasi  $\delta$ -guaiena untuk memisahkan dan memurnikan kandungannya, tetapi belum diperoleh kondisi optimum. Oleh karena itu, penelitian ini dimaksudkan untuk menentukan tekanan dan nisbah refluks optimum dalam mengisolasi  $\delta$ -guaiena dalam minyak nilam melalui distilasi fraksional.

## METODE PENELITIAN

### Bahan Penelitian

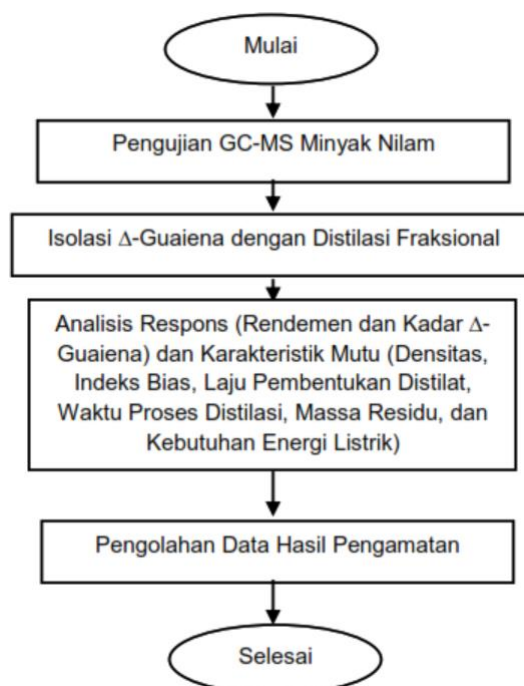
Bahan baku utama adalah minyak atsiri nilam dari Subang, Jawa Barat, dan minyak pompa vakum silikon. Instrumen analitis yang digunakan ialah mesin distilasi fraksional (*B/R Instrument-Spinning Band Distillation*

*System 36–100*), kromatografi gas–spektrometri massa (Shimadzu QP 2010 Ultra), refraktometer ABBE (Bellingham, akurasi 0,001), polarimeter (Atago AP 300), dan spektrofotometer (Kromameter CM-5: Konica Minolta).

### Metode

Distilasi fraksional diterapkan dengan menggunakan mesin yang terintegrasi dengan komputer. Operasi tersebut merangkai semua komponen alat dengan baik dan mengatur suhu, nisbah refluks, dan tekanan yang dikehendaki. Proses distilasi yang sedang berjalan diamati dan parameter dapat diubah. Kondisi proses distilasi fraksional disajikan pada Tabel 1.

Langkah-langkah isolasi  $\delta$ -guaiena diberikan pada Gambar 1. Data kondisi optimum distilasi fraksional ditentukan dengan menggunakan rancangan



Gambar 1 Prosedur penelitian.

Tabel 1 Kondisi proses distilasi fraksional  $\Delta$ -guaiena minyak nilam

Proses distilasi fraksional		
Jenis oprerasi	Kaca	
Tekanan operasi	1–19 mmHg	
Kalor awal	20%	
Waktu penyeimbangan	15 Menit	
Banyaknya cut	3	
Max Pot Temp.	300°C	
Cut Nomor 1	Open Cut (AET)	240°C
	Close Cut (AET)	270°C
Cut Nomor 2	Open Cut (AET)	270°C
	Close Cut (AET)	272°C
Cut Nomor 3	Open Cut (AET)	272°C
	Close Cut (AET)	300°C
Nisbah refluks	5:1–35: 1	
Heat reat	17%	
Suhu kondenser	35°C	

eksperimen *response surface method* (RSM) dengan peranti lunak *Design Expert* 10.1.0.0. Jenis optimisasi yang dipilih adalah optimisasi tujuan majemuk (*multiple object*) pada maksimasi karena setiap variabel respons akan maksimum, artinya respons yang diharapkan adalah rendemen yang tinggi dan kadar  $\delta$ -guaiena yang tinggi. Penelitian ini terdiri atas dua variabel bebas (X), yaitu (X1) tekanan (1–19 mmHg) dan (X2) nisbah refluks (5:1–35:1). Jumlah total ragam perlakuan ditentukan oleh *initial factor design* dan *central composite design* (CCD). Dalam optimisasi menggunakan CCD, ada lima titik pengamatan untuk setiap faktor yang ditinjau, yaitu -1,44; -1; 0; 1; 1,44 (Tabel 2). Total ragam pada setiap variabel bebas dalam penelitian berjumlah 10, yang meliputi 2 ulangan untuk titik tengah. Untuk setiap ragam konsentration perlakuan (*run*), dilakukan analisis respons berupa rendemen (%) dan kadar  $\delta$ -guaiena (%) (Tabel 3).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Data pada Tabel 4 dianalisis menggunakan perangkat lunak *Design Expert* versi 10.0.1.0, dan menghasilkan interaksi antarfaktor berdasarkan

Tabel 2 Nilai setiap variabel untuk setiap optimisasi

Variabel	- $\alpha$	(-)	(0)	(+)	$\alpha$
Tekanan (mmHg)	-2,72792	1	10	19	22,7279
Nisbah refluks	-1,2132	5:1	20:1	35:1	41,2132

Tabel 3 Ragam kondisi keseluruhan optimisasi tujuan majemuk

Perlakuan	Tekanan (mmHg)	Nisbah refluks
1	19	5
2	10	-1.2132
3	10	20
4	22,7279	20
5	19	35
6	1	5
7	10	20
8	1	35
9	10	41,2132
10	-2,72792	20

Tabel 4 Hasil pengukuran respons

Perlakuan	Tekanan (mmHg)	Nisbah refluks	Rendemen (%)	Kadar $\delta$ -guaiena (%)
1	19	5	0	0
2	10	-1,2132	0	0
3	10	20	0	0
4	22,7279	20	0	0
5	19	35	0	0
6	1	5	6,5 $\pm$ 3,54	15,97 $\pm$ 6,35
7	10	20	0	0
8	1	35	5 $\pm$ 1,41	17,29 $\pm$ 2,93
9	10	41,2132	0	0
10	-2,72792	20	0	0

aktivitas yang dihasilkan. Persamaan matematis dikeluarkan dari hasil analisis oleh perangkat lunak tersebut. Gambaran persamaan berupa grafik dan sebagai permukaan respons. Montgomery (2017) menyatakan bahwa permukaan respons adalah bentuk geometri yang diperoleh jika suatu peubah respons diproyeksikan sebagai fungsi dari satu atau beberapa peubah kuantitatif. *Design Expert* menawarkan sejumlah pilihan gambaran grafik, yakni grafik 3-dimensi dan grafik kontur.

Hal yang pertama dianalisis adalah model persamaan yang direkomendasikan oleh *Design Expert* pada analisis permukaan respons pada *fit statistics*. Setelah diperoleh model yang direkomendasikan, selanjutnya dihitung Anova (*analysis of variance*) untuk setiap respons, yang menghasilkan data  $F_{hitung}$  pada setiap kombinasi faktor. Nilai  $F_{hitung}$  tersebut menunjukkan pengaruh kombinasi faktor pada respons. Dari pengamatan, disimpulkan bahwa semakin besar nilai  $F_{hitung}$ , semakin nyata pengaruhnya. Dari analisis *fit statistics* dihasilkan Tabel 5 untuk respons rendemen dan Tabel 6 untuk respons kadar  $\delta$ -guaiena. Jadi, model yang direkomendasikan dari hasil tersebut adalah model kuadratik. Anova mengukur interaksi respons antarvariabel dalam suatu proses.

Hasil analisis model kuadratik pada disajikan melalui tabel Anova pada Tabel 7 untuk respons rendemen dan Tabel 8 untuk respons kadar  $\delta$ -guaiena. Berdasarkan kedua tabel tersebut, persamaan paling sesuai untuk kondisi optimum adalah persamaan kuadratik. Hal ini karena nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) pada persamaan kuadratik merupakan nilai terbesar

(0,3828), yang artinya dengan menggunakan model persamaan ini maka data respon (Y) 38,28% dipengaruhi oleh variabel bebas (X) dan sebesar 61,72% dipengaruhi oleh faktor lain.

Adapun interaksi tekanan dan nisbah refluks dapat dilihat pada Gambar 2. Terdapat perbedaan warna yang mengindikasikan bahwa semakin rendah nilai rendemen, warna akan semakin biru. Adapun daerah kontur berwarna hijau menandakan nilai rendemen yang semakin tinggi. Pada gambar ditunjukkan grafik

Tabel 5 Model yang dikeluarkan oleh *Design Expert* untuk respons rendemen

Fit Statistics			
Simpangan baku	2,89	$R^2$	0,3828
Purata	1,15	$R^2$ suaian	-0,3887
CV %	251,06	$R^2$ terprediksi	-3,3889
		Presisi memadai	1,8180

Tabel 6 Model yang dikeluarkan oleh *Design Expert* untuk respons kadar  $\delta$ -guaiena

Fit statistics			
Simpangan baku	8,32	$R^2$	0,3757
Purata	3,33	$R^2$ suaian	-0,4046
CV %	250,10	$R^2$ terprediksi	-3,3492
		Presisi memadai	1,8250

Tabel 7 *Analysis of variance* respons rendemen

Sumber	Jumlah kuadrat	Derajat kebebasan	Kuadrat purata	Nilai F	Nilai p	
<i>Model</i>	20,68	5	4,14	0,4962	0,7694	Tidak nyata
A-Tekanan (mmHg)	16,53	1	16,53	1,98	0,2318	
B-Nisbah refluks	0,2813	1	0,2813	0,0337	0,8632	
AB	0,5625	1	0,5625	0,0675	0,8079	
A <sup>2</sup>	2,36	1	2,36	0,2833	0,6227	
B <sup>2</sup>	2,36	1	2,36	0,2833	0,6227	
Residual	33,34	4	8,34			
<i>Lack of fit</i>	33,34	3	11,11			
<i>Pure error</i>	0,0000	1	0,0000			
<i>Cor total</i>	54,03	9				

Tabel 8 *Analysis of variance* respons kadar  $\delta$ -guaiena

Sumber	Jumlah kuadrat	Derajat kebebasan	Kuadrat purata	Nilai F	Nilai p	
<i>Model</i>	166,59	5	33,32	0,4815	0,7784	Tidak nyata
A-Tekanan (mmHg)	138,28	1	138,28	2,00	0,2304	
B-Nisbah refluks	0,2178	1	0,2178	0,0031	0,9579	
AB	0,4356	1	0,4356	0,0063	0,9406	
A <sup>2</sup>	19,75	1	19,75	0,2855	0,6214	
B <sup>2</sup>	19,75	1	19,75	0,2855	0,6214	
Residual	276,77	4	69,19			
<i>Lack of fit</i>	276,77	3	92,26			
<i>Pure error</i>	0,0000	1	0,0000			
<i>Cor total</i>	443,36	9				

tiga-dimensi pada interaksi tekanan dan nisbah refluks terhadap rendemen.

Hubungan faktor tekanan dan nisbah refluks membentuk model persamaan matematika kuadrat untuk menentukan titik optimum dengan rendemen sebagai respons. Persamaan yang disarankan dari Anova adalah sebagai berikut:

$$Y = 4,5679 - 0,392747A - 0,168056B + 0,002778AB + 0,008873A^2 + 0,009134B^2$$

Hubungan faktor tekanan dan nisbah refluks membentuk model persamaan matematika kuadrat untuk menentukan titik optimum dengan kadar  $\delta$ -guaiena sebagai respons. Persamaannya ialah:

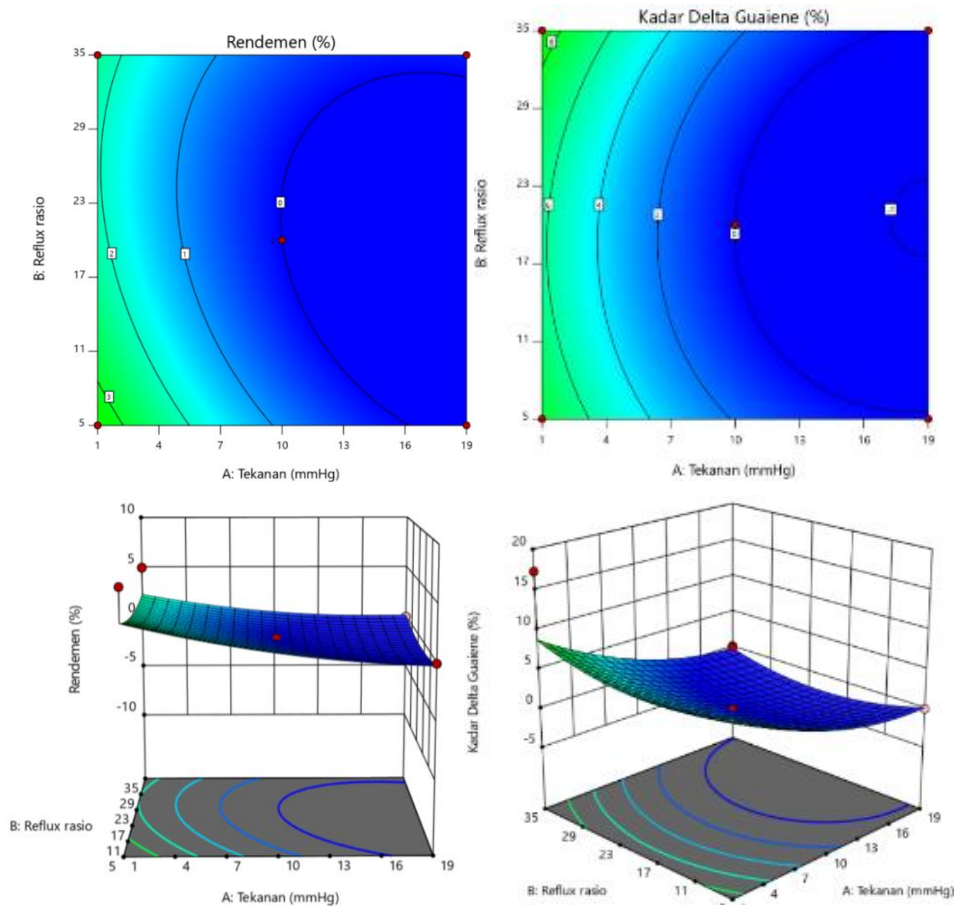
$$Y = 10,17247 - 0,926327A - 0,334111B + 0,002444AB + 0,025664A^2 + 0,009239B^2$$

Keterangan:

- Y = Rendemen (%)
- A = Tekanan (mmHg)
- B = Nisbah refluks

Model divalidasi untuk menentukan keakuratan model matematis yang didapatkan. Model divalidasi dengan membandingkan nilai rendemen dan kadar  $\delta$ -guaiena aktual dengan rendemen dan kadar  $\delta$ -guaiena hasil prediksi *Design Expert* (Tabel 9).

Kadar  $\delta$ -guaiena yang diukur dari proses optimisasi hanya bisa diukur pada 4 perlakuan, karena perlakuan lain tidak mengeluarkan distilat. Kadar  $\delta$ -guaiena



Gambar 2 Interaksi tekanan (mmHg) dan nisbah refluks pada rendemen (%) dalam bentuk 3D untuk respons rendemen (a) dan respons kadar δ-guaiena (b) Harap sesuaikan istilah guaiene menjadi guaiena.

Tabel 9 Hasil validasi model

	Tekanan (mmHg)	Nisbah refluks	Rendemen (%)	Validasi model (%)	Kadar δ-guaiena (%)	Validasi model (%)
Prediksi	1	5	3,3475		7,82	
Aktual*	1	5	6,5	52,88	19,57	39,96

Keterangan: \*Proses dengan dua ulangan.

diukur dengan menggunakan uji GCMS. Adapun nilai δ-guaiena berada pada rentang 11,48–20,46%. Nilai yang diperoleh belum mencapai nilai optimum dari semua perlakuan. Hal ini sejalan dengan perlakuan pada penelitian mengenai kajian tekanan pada isolasi beberapa senyawa minyak nilam oleh Zahrah (2017), yang menyimpulkan bahwa kondisi untuk memperoleh kadar δ-guaiena yang optimum adalah pada suhu 264–269°C dan tekanan 5 mmHg. Penelitian tersebut menghasilkan nilai kadar δ-guaiena optimum 76,13%. Adapun nisbah refluks menurut Amrullah (2017) tidak berpengaruh nyata pada proses distilasi fraksionasi, termasuk rendemen destilat yang dihasilkan.

Pada penelitian ini, isolasi dengan optimasi kondisi tekanan dan nisbah refluks menghasilkan rendemen pada run 6 dari run 8 dikarenakan feeder mesin distilasi fraksionasi langsung beralih pada kisaran suhu di atas 270–272°C. Operasi dengan kondisi tekanan 10, 19, dan 22 mmHg tidak dapat menghasilkan distilat. Amrullah (2017) menyatakan bahwa perlakuan nisbah refluks tidak memengaruhi rendemen. Namun,

mengenai faktor tekanan, Mangun *et al.* (2005) menyatakan bahwa untuk menjaga kualitas distilat minyak atsiri yang dihasilkan, disarankan agar minyak atsiri difraksionasi pada keadaan tekanan vakum. Alasannya ialah karena pada tekanan dan suhu sendiri dapat mengakibatkan dekomposisi pada minyak yang dihasilkan. Dengan demikian, disimpulkan bahwa tekanan vakum sebagai tekanan yang diaplikasikan untuk distilasi fraksionasi minyak nilam. Adapun rendemen yang rendah dapat disebabkan oleh waktu penyulingan yang singkat (Rusli & Anggraeni 2017) dan waktu proses fraksionasi yang singkat (Zahrah 2017).

## KESIMPULAN

Perlakuan tekanan 1 mmHg dan refluks nisbah 5 merupakan kondisi optimum dengan rendemen 3,3475% dan kadar δ-guaiena 7,82%, dengan validitas model masing-masing 52,88% dan 39,96. Validitas

model termasuk dalam kategori moderat untuk respons rendemen dan rendah untuk respons kadar  $\delta$ -guaiaena.

aromatic medicinal plant. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*. 21(2): 7–15.

## DAFTAR PUSTAKA

- Aisyah Y, Hastuti P, Sastrohamidjojo H, Hidayat C. 2008. Komposisi kimia dan sifat antibakteri minyak nilam (*Pogostemon cablin*). *Majalah Farmasi Indonesia*. 19(3): 151-156.
- Amrullah, R., Nurjanah, S., Widyasanti, A., & Muhaemin, M. 2017. Kajian pengaruh rasio refluks terhadap karakteristik minyak nilam hasil destilasi fraksinasi. *Jurnal Teknotan*. 11(2). <https://doi.org/10.24198/jt.vol11n2.8>
- Ayu PK, Hidayat N, Utomo EP, Agustian. E. Pemisahan dan pemurnian  $\Delta$ -Guaien dari minyak nilam dengan metode destilasi fraksinasi vakum. Diakses 25 Oktober 2022. Tersedia pada <https://www.academia.edu/download/50322768/Jurnal-Pratiwi-Kusumaning-Ayu1.pdf>
- Sell, C. and Baser, K.H.C., 2010. Handbook of essential oils: science, technology, and applications. <https://doi.org/10.1201/9781420063165-c9>
- Chakrapani P, Venkatesh K, Singh BCS, Jyothi BA, Kumar P, Amareshwari P, Roja AR. 2013. Phytochemical, pharmacological importance of Patchouli (*Pogostemon cablin* (Blanco) Benth) and aromatic medicinal plant. *International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research*. 21(2): 7–15.
- Guenther, E., & Althausen, D. 1948. *The essential oils* (Vol. 1, p. 81). New York: Van Nostrand.
- Gunawan W. 2009. Kualitas dan nilai minyak atsiri, implikasi pada pengembangan turunannya. In: *Makalah yang disampaikan pada Seminar Nasional dengan tema: Kimia Bervisi SETS (Science, Environment, Technology, Society) Kontribusi Bagi Kemajuan Pendidikan dan Industri (Vol 21)*. Himpunan Kimia Indonesia, Jawa Tengah, 2009. Tersedia pada [https://www.academia.edu/download/38994456/artikel\\_atsiri\\_indonesia.pdf](https://www.academia.edu/download/38994456/artikel_atsiri_indonesia.pdf)
- Hsu HC, Yang WC, Tsai WJ, Chen CC, Huang HY, Tsai YC. 2006.  $\alpha$ -Bulnesene, a novel PAF receptor antagonist isolated from *Pogostemon cablin*. *Biochemical and Biophysical Research Communications*. 345(3): 1033–1038. <https://doi.org/10.1016/j.bbrc.2006.05.006>
- Nurjanah S, Rialita T, Lembong E, Muhaemin M, Widyasanti A, Sidabutar I, Aprima ZE, Amrullah R. 2020, February. Isolation of guaiaene from patchouli (*Pogostemon cablin* Benth.) oil using vacuum fractionation distillation. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. 443: <https://doi.org/10.1088/1755-1315/443/1/012094>