

2.1 Seleksi Proses

Dalam melakukan seleksi proses, berikut merupakan beberapa pertimbangan untuk pemilihan proses – proses yang dapat dilakukan.

2.1.1 Seleksi Ekstraksi Minyak Nilam

Ekstraksi merupakan proses pemisahan satu atau lebih komponen dari suatu campuran homogen menggunakan pelarut cair (*solvent*) sebagai *separating agent*. Proses yang digunakan untuk ekstraksi minyak nilam dapat ditentukan dari banyaknya zat yang larut, penyebarannya dalam padatan, jenis pelarut, sifat padatan seperti penyulingan, *supercritical extraction*, dan *solvent extraction* (Dantas dkk., 2020). Berikut perbandingan berbagai macam proses ekstraksi minyak nilam yang dapat dilihat pada tabel 2.1

Tabel 2.1 Perbandingan Proses Ekstraksi Dengan Pelarut dan Penyulingan

Parameter Ukur	Macam – macam ekstraksi minyak nilam		
	Penyulingan	Ekstraksi dengan Pelarut Organik	Ekstraksi dengan Fluida Superkritis
Proses	Daun nilam yang akan dipisahkan akan dikontak secara langsung maupun tidak langsung dengan air atau uap air.	Daun nilam dikontakkan dengan pelarut organik untuk memisahkan minyak nilam dari daunnya.	Daun nilam diekstraksi menggunakan pelarut CO ₂ dengan temperatur dan tekanan untuk mengalirkan CO ₂ yang nantinya akan keluar bersama ekstrak nilam
<i>Solvent</i>	Air	Petroleum eter, alcohol, benzene, Heksana	CO ₂
Kondisi Operasi			
Tekanan (atm)	1	1	80 - 150
Temperatur (°C)	100 – 130	30	35 – 45
Waktu Operasi (menit)	240 - 300	60 - 120	60 - 300
Rendemen (%)	2 - 4,5	3 - 5	4 - 6,41

Parameter Ukur	Macam – macam ekstraksi minyak nilam		
	Penyulingan	Ekstraksi dengan Pelarut Organik	Ekstraksi dengan Fluida Superkritis
<i>Patchouli Alkohol (%)</i>	26 - 35	30 - 37	25,34– 31,39
Kelebihan	Dapat memisahkan zat dengan perbedaan titik didih yang tinggi dan produk yang dihasilkan benar – benar murni	Dapat mempercepat proses penyulingan dengan waktu yang lebih cepat	Selektivitas fluida superkritis lebih tinggi dari pelarut cair karena daya solusinya dapat diatur dengan mengubah suhu atau tekanan, ramah lingkungan
Kekurangan	Hanya dapat memisahkan zat yang memiliki perbedaan titik didih yang besar dan biaya penggunaan alat yang <i>relative</i> mahal	Kenaikkan suhu dapat menyebabkan menurunnya rendemen	Penggunaan CO ₂ memiliki polaritas yang rendah sehingga membuat ideal untuk lemak serta bahannya mudah menguap pada suhu kamar

(Irwan, 2010; Hamidi dkk., 2015; Doneliana dkk., 2016; Utomo dkk., 2018)

Dari perbandingan proses ekstraksi minyak nilam, proses yang dipilih adalah metode penyulingan dikarenakan minyak nilam yang dihasilkan memiliki kemurnian dan *solvent* yang digunakan adalah air. Dimana, berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Harvis dan Bambang (2013), menunjukkan bahwa penggunaan air sebagai pelarut dalam ekstraksi minyak nilam memiliki kadar minyak 2% – 3%. Proses ini juga dipilih karena memiliki banyak keuntungan seperti jumlah air yang melimpah, kondisi operasi yang lebih aman tidak bereaksi secara kimia dengan *solute* maupun *diluen*, serta biaya yang relatif lebih murah dibandingkan dengan menggunakan pelarut organik. Berikut perbandingan macam - macam proses untuk ekstraksi minyak nilam dengan menggunakan air sebagai yang *solvent* dapat dilihat pada tabel 2.2

www.itk.ac.id

Tabel 2.2 Perbandingan Berbagai Macam Proses Penyulingan Minyak Atsiri

Parameter Ukur	Jenis Penyulingan				
	<i>Hydro - Distillation</i>	<i>Hydro and steam distillation</i>	<i>Steam distillation</i>	<i>Microwave-assisted Hydrodistillation</i>	<i>Ultrasound-assisted Hydrodistillation</i>
Proses	Daun nilam dikontakkan langsung dengan air mendidih	Daun nilam dikontakkan secara tidak langsung dengan uap air	Penyulingan dengan uap air yang dikontakkan secara tidak langsung dengan dimulai pada tekanan uap yang rendah (kurang lebih 1 atm) lalu dinaikkan menjadi 3 atm	Daun nilam tanpa penambahan air di dalam <i>microwave</i> distilasi dikontakkan secara tidak langsung dengan uap air	Minyak nilam dengan kandungan <i>Patchouli Alcohol</i> 21,3% di distilasi menggunakan peralatan ultrasonik
Temperatur (°C)	100 - 110	100 - 105	100 - 106	100 - 110	30 - 50
Waktu Operasi (menit)	360 - 480	240 - 360	40 - 255	120 - 150	20
Rendemen (%)	0,69 - 2,61	2,4 - 3	2 - 2,6	1,9 - 4	2,6
<i>Patchouli alcohol</i> (%)	26 - 28	24 - 38,24	26,65 - 37,07	30 - 34	22,38 - 24,92
Kelebihan	Prosesnya yang sangat sederhana dan mudah dilakukan oleh siapapun termasuk petani	Air yang dibutuhkan sedikit sehingga dapat mempersingkat waktu proses penyulingan, alat sederhana	Efisiensi penyulingan yang lebih tinggi karena waktu <i>relative</i> singkat, jumlah uap dapat dikontrol dan rendemen yang dihasilkan tinggi	Konsumsi energi dan <i>solvent</i> yang lebih sedikit, menghasilkan <i>yield</i> yang lebih tinggi	Mudah dikontrol, kondisi operasi aman (Tekanan atmosferik dan ambient temperatur),
Kekurangan	Hasil minyak nilam yang bervariasi, alat yang digunakan harus besar, dan membutuhkan	Membutuhkan waktu distilasi yang lebih panjang untuk hasil yang lebih banyak	Membutuhkan proses yang lebih kompleks dan biaya yang <i>relative</i> mahal	Biaya penggunaan alat dan perawatan yang cukup mahal	Jika menggunakan frekuensi yang tinggi bisa terjadi degradasi senyawa didalam <i>patchouli oil</i>

Parameter Ukur	Jenis Penyulingan				
	<i>Hydro - Distillation</i>	<i>Hydro and steam distillation</i>	<i>Steam distillation</i>	<i>Microwave-assisted Hydrodistillation</i>	<i>Ultrasound-assisted Hydrodistillation</i>
n bahan bakar yang lebih banyak					

(Agustian dan Sulawatty, 2015; Hamidi dkk., 2015; Fitri dkk. 2017; Ermaya dkk., 2021)

Mempertimbangan dari hasil proses ekstraksi minyak nilam dengan kandungan *patchouli alcohol* yang dihasilkan, serta kelebihan dan kekurangan selama proses berjalan. Berbagai jenis penyulingan dapat dipilih yang paling sesuai dan efisien dengan “scoring concept” (metode pemberian skor) pada beberapa kriteria sebagai berikut:

- *Driving Force*

Parameter ini menunjukkan bagaimana kemampuan suatu metode untuk mengekstraksi minyak dari daun nilam yang telah dikeringkan dan dicacah sebelum proses ekstraksi dilakukan.

Parameter ini menentukan pengaruh suhu dan tekanan selama proses penyulingan yang dapat mempengaruhi hasil produk minyak nilam yang dihasilkan.

- Hasil Proses Produksi

Parameter ini menunjukkan berapa banyak produk yang dapat dihasilkan. Tingkat rendemen minyak yang lebih tinggi akan menghasilkan lebih banyak produk dengan waktu yang relatif singkat, sehingga dihasilkan produksi yang efektif. Tingkat kemurnian menunjukkan jumlah *patchouli alcohol* yang ada dalam produk dan menunjukkan kualitas yang lebih tinggi.

- *Extraction Time*

Parameter ini menunjukkan lamanya waktu ekstraksi yang dibutuhkan untuk minyak nilam dapat terekstraksi dari daun nilam.

- Total *solvent* dan energi

Parameter ini menunjukkan jumlah *solvent* dan energi yang dibutuhkan selama proses, sehingga dapat dipertimbangkan penggunaan pelarut dan energi yang lebih menguntungkan.

Setelah menentukan kriteria dan persentase masing–masing “*scoring concept*” dapat dihitung dengan berdasarkan penilaian seperti: **1. Sangat buruk, 2.**

Buruk, 3. Cukup, 4. Baik dan 5. Sangat baik.

Persentase		<i>Driving Force</i>	Kondisi Operasi	Hasil Proses Produksi (%)	<i>Reaction Time</i> (min)	Total Solvent dan energi	Total	Peringkat
		10%	10%	30%	30%	20%		
<i>Hydro - Distillation</i>	Nilai	2	3	2	1	1		5
	Skor	0,2	0,3	0,6	0,3	0,2	1,6	
<i>Hydro and steam distillation</i>	Nilai	3	3	4	3	2		3
	Skor	0,3	0,3	1,2	0,9	0,4	3,1	
<i>Steam distillation</i>	Nilai	4	3	4	3	3		1
	Skor	0,4	0,3	1,2	1,2	0,6	3,7	
<i>Microwave-assisted Hydrodistillation</i>	Nilai	1	3	4	3	2		2
	Skor	0,3	0,3	1,2	1,2	0,4	3,4	
<i>Ultrasound-assisted Hydrodistillation</i>	Nilai	1	5	5	3	3		3
	Skor	0,2	0,5	1,2	0,9	0,6	3,1	

(Van Beek dan Joulain, 2017)

Berdasarkan komparasi jenis penyulingan yang ditinjau dari berbagai kriteria dalam “*scoring concept*” diatas, maka proses ekstraksi minyak nilam yang digunakan adalah *steam distillation*.

2.1.2 Seleksi Pemurnian

Sebagian besar minyak atsiri diperoleh dengan metode penyulingan. Dalam produksi *patchouli alcohol* dari tanaman nilam. Petani nilam biasa menggunakan proses penyulingan sederhana yang hanya mampu menghasilkan minyak nilam dengan kandungan *patchouli alcohol* (PA) sebesar 26 – 28% (Armando dan Rochim, 2009). Di lihat rendahnya kandungan yang dihasilkan, perlu adanya proses fraksinasi dan kristalisasi untuk meningkatkan *yield* dan mengurangi *impurities* dari produk yang dihasilkan. Berdasarkan penelitian Fitriyani (2019), menunjukkan bahwa penyulingan dengan distilasi fraksinasi vakum mampu menghasilkan minyak nilam dengan kandungan 60,04%. *Patchouli alcohol* dalam minyak nilam

dapat dipisahkan dari komponen lainnya dengan metode distilasi fraksinasi. Pemisahan komponen pada metode ini berdasarkan adanya perbedaan titik didih dari masing-masing komponen yang akan dipisahkan (Nurjanah dkk, 2017). Berdasarkan jurnal penelitian sebelumnya berikut tabel 2.3 yang menunjukkan kondisi operasi yang bisa digunakan pada distilasi fraksinasi

Tabel 2.3 Kondisi Operasi Distilasi Fraksinasi

Parameter Ukur	Nilai	Satuan
Tekanan	10 - 760	mmHg
Suhu (Tiap Fraksi)	140-150	°C
Waktu	3-5	Jam
<i>Intial Heat</i>	25 – 28	%
<i>Heat Rate</i>	27 – 30	%

(Nurjanah dkk, 2017; Lally dkk, 2019)

Menurut Nurjanah dkk (2017), salah satu upaya untuk meningkatkan nilai tambah nilam sehingga dapat meningkatkan harga jual adalah dengan melakukan rekayasa proses untuk menghasilkan produk hilir minyak nilam, yaitu nilam kristal dengan kadar *patchouli alcohol* lebih dari 83,27%. Dalam meningkatkan kandungan *patchouli alcohol*, beberapa peneliti telah mengembangkan metode kristalisasi seperti metode isolasi dan purifikasi (Su dkk, 2014). Kombinasi metode distilasi fraksinasi dengan kristalisasi mampu menghasilkan kristal *patchouli alcohol* dengan kemurnian yang tinggi (99%).

Tabel 2.4 Perbandingan Kristalisasi Kontrol dan Penambahan Pelarut

Parameter Ukur	Jenis KRISTALISASI	
	Tanpa Penambahan Pelarut	Penambahan Pelarut
Suhu dan Waktu Operasi	0°C; 24 jam	0 - 5°C; 12 - 72 Jam
Rendemen	20,98 - 50,7 %	24,92 - 52,7 %
<i>Yield</i>	39,7 - 99 %	41,5 - 99%

°HUE	103	103,42
<i>Melting Point</i>	44,65 - 53,4°C	49,12 - 53,5°C
Kelebihan	Menggunakan kondisi operasi yang lebih aman, biaya relatif lebih murah dan tidak perlu tambahan proses pemisahan pelarut dengan produk yang dihasilkan.	Kristal <i>patchouli alcohol</i> yang dihasilkan lebih murni, <i>yield</i> maupun rendemen kristal <i>patchouli alcohol</i> lebih besar. Tidak perlu adanya teknik <i>seeding</i> .
Kekurangan	Rendemen dan <i>yield</i> yang dihasilkan lebih sedikit daripada penambahan pelarut, dan perlu adanya <i>seeding</i> untuk optimalisasi terbentuknya kristal <i>patchouli alcohol</i> .	Perlu proses tambahan untuk memisahkan antara pelarut dengan produk samping yang dihasilkan, terdapat biaya tambahan untuk pembelian bahan baku pelarut, suhu dan tekanan operasi yang tinggi, dan kondisi yang harus selalu dipantau.

(Sudkk., 2014; Laily dkk., 2019)

Mempertimbangkan dari penelitian yang telah dilakukan jenis kriticalisasi dapat dipilih yang paling sesuai dan efisien dengan “*scoring concept*” (metode pemberian skor) dengan beberapa kriteria. Skor setiap kriteria dievaluasi dengan mengalikan skor dengan persentase skor. Persentase skor diperoleh dengan mempertimbangkan kebutuhan yang paling diprioritaskan atau bagaimana pengaruhnya terhadap keseluruhan proses. Kriteria – kriteria tersebut antara lain sebagai berikut:

- **Kondisi Operasi**

Parameter ini menentukan pengaruh suhu dan tekanan selama proses, seperti seberapa besar parameter tersebut mempengaruhi hasil produk dan mempertahankan kondisi operasi yang dibutuhkan.

- **Hasil Proses Produksi**

Parameter ini menunjukkan kemurnian produk akhir (*Patchouli alcohol*) yang dihasilkan dari masing – masing metode. Tingkat kemurnian yang lebih tinggi menunjukkan jumlah zat pengotor yang ada di dalam produk lebih rendah dan kualitas yang lebih tinggi.

- *Time*

Parameter ini menunjukkan lamanya waktu yang dibutuhkan untuk *patchouli alcohol* berubah menjadi kristal.

- Konsumsi Energi

Parameter ini menunjukkan berapa banyak energi yang diperlukan untuk metode kristalisasi yang dipilih, terutama kebutuhan listrik.

Setelah menentukan kriteria dan persentase masing–masing “*scoring concept*” dapat dihitung dengan berdasarkan penilaian seperti : **1. Sangat buruk, 2. Buruk, 3. Cukup, 4. Baik dan 5. Sangat baik.**

Kriteria	Persentase	Tanpa Penambahan Pelarut		Penambahan Pelarut	
		Nilai	Skor	Nilai	Skor
Kondisi Operasi	20%	4	0,8	3	0,6
<i>Time</i>	20%	4	0,8	3	0,6
Hasil Proses Produksi	30%	4,5	1,35	5	1,5
Konsumsi Energi	30%	3	0,9	4	1,2
Total	100%		3,85		3,9
Peringkat			2		1

Dapat dilihat dari hasil komparasi diatas, maka proses pemurnian *patchouli alcohol* (PA) untuk meningkatkan mutu dari PA adalah dengan menggunakan kombinasi metode distilasi fraksinasi dan kristalisasi dengan penambahan pelarut untuk menghasilkan kristal *patchouli alcohol* dengan mutu yang tinggi.

2.2 Justifikasi Proses

Proses produksi *patchouli alcohol*, diawali dengan bahan baku daun nilam kering dari *hopper* (T-101) dimasukkan kedalam *roll cutter* (RC-101). Selama di dalam *hopper* (T-101), kondisi suhu dijaga pada 25°C pada tekanan 1 atm agar kondisi daun nilam tetap dalam keadaan baik. Dalam *roll cutter* (RC-101) daun

www.itk.ac.id

nilam dicacah sehingga ukurannya menjadi lebih kecil. Setelah itu, daun nilam dimasukkan melalui *belt conveyor* (BC-102) dan *bucket elevator* (J-103) ke dalam *steam* distilasi (D-101) untuk dipanaskan dengan menggunakan uap pada kondisi operasi 105°C pada tekanan 1 atm, sehingga suhu pada *steam* distilasi (D-101) mencapai 105°C. Air sebagai *solvent* untuk ekstraksi minyak nilam, dipanaskan didalam boiler hingga suhu operasi mencapai 105°C pada tekanan 1 atm, uap air yang dihasilkan dialirkan kedalam *steam* distilasi. Uap air yang mengandung minyak nilam dari *steam* distilasi (D-101) dialirkan ke kondensor (C-101) untuk mengubah fase uap menjadi fase cair (kondensasi). Distilat yang diperoleh dari proses ekstraksi minyak nilam berupa larutan campuran minyak nilam dengan air (*hydrosol*), sedangkan hasil *bottomnya* berupa ampas sisa daun nilam yang selanjutnya akan dikeringkan untuk dijadikan bahan bakar tambahan untuk sumber panas di boiler.

Larutan *hydrosol* yang dihasilkan, dimasukkan ke dalam dekanter (DC-101) untuk memisahkan minyak nilam dari *solventnya*. Minyak nilam yang telah dipisahkan, dipompa ke dalam distilasi fraksinasi vakum dengan suhu operasi 150°C dengan tekanan 0,1 atm. Hasil distilat akan dialirkan ke kondensor (C-102) menjadi fase cair (kondensasi), lalu ditampung di tangki penyimpanan *patchouli terpen* (T-102). Untuk hasil *bottom* kemudian akan dialirkan menggunakan pompa ke dalam mixer (M-101) untuk dilakukan proses pencampuran dengan dietil eter, sebelum hasil *bottom* masuk kedalam mixer, larutan didinginkan menggunakan cooler (C-101) hingga suhu larutan mencapai 30°C. Setelah *patchouli oil* dengan dietil eter tercampur, larutan dipompa ke dalam *crystallizer* (CR-101) untuk menurunkan suhu larutan dari 30°C menjadi 0°C dan mengubah larutan *patchouli alcohol* menjadi kristal *patchouli alcohol*. Selama proses pendinginan berlangsung larutan diaduk dengan kecepatan 100 rpm untuk meningkatkan kemurnian kristal *patchouli alcohol* yang akan dihasilkan. Kemudian kristal beserta *mother liquor* akan dialirkan dengan menggunakan pompa ke *centrifuge filter* (C-101) untuk memisahkan antara kristal dengan *mother liquor* sebelum kristal dikeringkan menggunakan *tray dryer* (E-101). *Mother liquor* yang masih memiliki kandungan *patchouli alcohol* akan dialirkan kembali ke *crystallizer* (CR-101) untuk dilakukan proses kristalisasi kembali. Kristal yang keluar dari *tray dryer* (E-101), selanjutnya

www.itk.ac.id

akan dimasukkan ke dalam bin (T-104) sebelum kristal *patchouli alcohol* akhirnya di kemas.

2.3 Spesifikasi Bahan Baku dan Produk

2.3.1 Bahan Baku Utama

Bahan baku utama yang digunakan dalam pembuatan *Patchouli alcohol* (PA) adalah minyak nilam. Minyak nilam didapatkan dari proses penyulingan daun nilam yang sudah di keringkan terlebih dahulu. Daun nilam yang digunakan memiliki sifat fisik dan kandungan kimia yang dapat dilihat pada tabel 2.5 dan 2.6 sebagai berikut:

Tabel 2.5 Sifat Fisik Daun Nilam

Sifat	Keterangan
Warna	Hijau
Wujud	Padat
Bentuk	Bulat telur sampai bulat panjang (lonjong)
Panjang daun (cm)	6,47 – 7,52
Lebar daun (cm)	5,22 – 6,39
Minyak (Kg/ha)	176,47 – 583,67
Harga (Rp per Kg)	10.000 – 15.000

Tabel 2.6 Komposisi Kandungan Kimia Daun Nilam

Komponen Kimia	Komposisi (%)
Selulosa	36,33
Lignin	17,92
Hemiselulosa	25,82
Kadar Minyak	3,93
Kadar Air	16

(Lubis Andriani, 2020)

2.3.2 Produk antara

Minyak nilam yang didapat setelah proses penyulingan daun nilam, diketahui memiliki komposisi kandungan kimia sebagai berikut:

Tabel 2.7 Komposisi Kandungan Kimia Minyak Nilam

Senyawa	Berat Molekul (gr/mol)	Titik Didih pada 1 atm (°C)	Komposisi (%)
δ - guaiene	204	281 – 282	14,5
Seychellene	204	250 – 251	14,4
α -Patchoulene	204	262 – 263	20,81
α -guaiene	204	262 – 263	12,9
<i>Patchouli alcohol</i>	222	287 – 288	37,4

2.3.3 Produk Utama

Produk utama yang diinginkan adalah kristal *Patchouli alcohol* (PA) dengan kemurnian lebih dari 99%. Spesifikasi *Patchouli alcohol* dapat dilihat sebagai berikut:

Tabel 2.8 Sifat Fisik *Patchouli alcohol*

Sifat	Keterangan
Warna	Tidak berwarna sampai kuning pucat
Wujud	Kristal solid
<i>Patchouli alcohol</i> (%)	99,99
Titik lebur (°C)	53,5

2.3.4 Produk Samping

Selain *Patchouli alcohol*, juga akan menghasilkan *by-product* berupa *patchouli terpene*. Spesifikasi *patchouli terpene* dapat dilihat sebagai berikut :

Tabel 2.9 Komposisi kandungan Kimia *Patchouli Terpene*

Komponen Kimia	Komposisi (%)
α - guaiene	11,8
Seychellene	11,7
α -Patchoulene	16,9
α -Gurjunene	10,5
<i>Patchouli alcohol</i>	0,2