

ESTERIFIKASI FRAKSI MINYAK NILAM HASIL ISOLASI DARI TANAMAN NILAM (*Pogostemon cablin*) DENGAN ASETAT ANHIDRIDA

Yuliani Aisyah' Nida El Husna

Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala,
Nangroe Aceh Darussalam

ABSTRACT

Patchouli oil is a substantial volatile oil in the industry of perfumes and cosmetics, most of the oil is composed of patchouli alcohol. Patchouli alcohol esterification using acetic acid anhydride with ZnCl₂ as a catalyst was done to improve the scent of the essential oil. Based on theory, patchouli acetate is an ester that occurred from the esterification reaction between patchouli alcohol and acetic acid or its derivatives. This study was intended to determine the effect of esterification methods, the ratio of materials and reactants, and also reaction time on the characteristics of esterification mixture product. Esterification was done by treating the patchouli oil with acetic acid anhydride (ratio of material : reactant = 1 : 1, 1 : 1.25, 1 : 1.50, 1 : 1.75), 10 mL of diethyl ether, and 4.97 g ZnCl₂ as catalyst. The concoction was heated at a temperature of 100 ° C, using a batch method at various reaction times (2 hours, 4 hours, 6 hours). The results showed that the reaction time, ratio of reactants and materials, and esterification methods significantly affect yield, specific gravity and refractive index of esterification product (ester compounds).

Keywords : patchouli oil, patchouli alcohol, esterification, patchouli asetat

PENDAHULUAN

Tanaman nilam (*Pogostemon cablin*) merupakan produk tanaman lokal di daerah Nangroe Aceh Darussalam dan merupakan tanaman yang berpotensi untuk dikembangkan. Pengembangan tanaman ini terus dilakukan untuk meningkatkan kegunaan dan nilai tambah dari tanaman tersebut baik melalui penanganan budidaya, pra-panen, pasca panen dan teknologi pengolahannya

Minyak nilam mengandung komponen-komponen yang dapat diubah menjadi bahan setengah jadi atau bahan jadi yang memiliki nilai ekonomis yang lebih tinggi daripada minyak nilamnya sendiri. Dalam dunia industri, patchouli alkohol merupakan bahan yang mempunyai nilai komersial tinggi. Patchouli alkohol adalah komponen terbesar yang terdapat dalam minyak nilam Patchouli alkohol merupakan intermediet penting bagi industri parfum dan produk-produk kosmetik terutama karena sifat fiksatifnya yang sangat tinggi. Senyawa alkohol merupakan senyawa yang dapat dipakai sebagai bahan dasar pembuatan senyawa lain melalui beberapa reaksi, seperti reaksi esterifikasi dan reaksi eliminasi. Untuk itu diduga patchouli alkohol juga dapat digunakan dalam reaksi esterifikasi untuk menghasilkan senyawa lain yang diharapkan dapat digunakan sebagai senyawa flavor/aroma baru, sebagai salah satu cara/usaha untuk derivatisasi atau pengembangan produk turunan minyak nilam.

Reaksi esterifikasi adalah suatu reaksi antara asam karboksilat dan alkohol membentuk ester. Turunan asam karboksilat membentuk ester asam karboksilat. Ester asam karboksilat ialah suatu senyawa yang mengandung gugus -CO₂R dengan R dapat berupa alkil maupun aril. Esterifikasi dikatalisis asam dan bersifat dapat balik.

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan esterifikasi patchouli alkohol dalam minyak nilam menggunakan asam asetat anhidrid dengan penambahan ZnSO₄ sebagai katalis, khususnya untuk mengetahui pengaruh metode esterifikasi, waktu reaksi dan rasio bahan dan reaktan terhadap karakteristik senyawa hasil esterifikasi.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak nilam dari Kabupaten Aceh Selatan, Nanggroe Aceh Darussalam, asam asetat anhidrida, $ZnSO_4$, dan dietil eter. Sedangkan alat yang digunakan adalah satu set alat soxhlet, stirr plate, timbangan digital, dan peralatan gelas baik untuk kebutuhan preparasi maupun analisis. Adapun metoda yang dilakukan adalah sebagai berikut :

Karakterisasi minyak nilam

Karakterisasi minyak nilam pada penelitian ini meliputi penentuan bobot jenis dan indeks bias.

a. Bobot jenis

Massa jenis minyak nilam ditentukan dengan cara menimbang 10 mL minyak nilam tersebut dalam gelas ukur yang telah diketahui beratnya. Perhitungan dilakukan dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$\text{Massa jenis} = \frac{\text{massa minyak (g)}}{\text{volume minyak (mL)}}$$

b. Indeks bias

Indeks bias minyak nilam diukur dengan menggunakan alat refraktometer Abbe Atago IT. Prisma refraktometer sebelumnya dibersihkan dengan etanol 95%. Selanjutnya 1 tetes minyak nilam diletakkan di atas prisma. Pembacaan indeks bias sampel dilakukan pada saat garis batas daerah gelap terang tepat berada pada posisi silang dari prisma.

Nilai indeks bias hasil pengukuran dikonversikan pada suhu 25°C dengan persamaan sebagai berikut :

$$\gamma = \gamma' + (T' - T) \times k$$

γ = indeks bias pada suhu pengukuran

k = faktor koreksi (0,00045)

T = suhu pada saat pengukuran

γ' = suhu yang diinginkan (25°C)

Identifikasi komponen penyusun minyak nilam dengan GC-MS

Minyak nilam diidentifikasi dengan instrumen GC-MS. Identifikasi dilakukan untuk mengetahui secara kualitatif dan kuantitatif komponen-komponen yang terdapat dalam minyak nilam. Identifikasi dilakukan berdasarkan kromatogram yang dihasilkan dan spektrum massa masing-masing komponen.

Kondisi perlakuan analisis dengan GC-MS sebagai berikut :

Merk : SHIMADZU QP-500

Jenis pengionan : EI (Electron Impact)

Jenis kolom : Rtx – 5 MS panjang 30 meter

Suhu kolom : 70°C – 270°C dengan kenaikan $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$

Suhu detektor : 280°C

Mode injector : split 1 : 80 suhu 280°C

Gas pembawa : helium 10 Kpa

Spektrum massa masing-masing komponen yang diperoleh di analisis fragmen-fragmennya, kemudian hasilnya dibandingkan dengan data yang terdapat dalam Library WILEY 8. LIB.

Isolasi patchouli alkohol dengan distilasi fraksinasi

Isolasi patchouli alkohol dilakukan dengan melakukan fraksinasi minyak nilam dengan metoda distilasi fraksinasi. Distilasi dilakukan dalam kondisi tekanan ± 2 KPa ($\pm 15,001$ mmHg) dan suhu $30-190^{\circ}\text{C}$. Semua fraksi yang diperoleh di analisis kadar patchouli alkoholnya dengan menggunakan GC-MS.

Kristalisasi patchouli alkohol dilakukan pada fraksi yang mempunyai kadar patchouli alkohol paling tinggi hasil distilasi fraksinasi, yang bertujuan untuk

meningkatkan kadar patchouli alkohol. Proses kristalisasi secara kimia dengan menggunakan pelarut dietil eter.

Reaksi esterifikasi minyak nilam dengan asam asetat

Reaksi esterifikasi dengan menggunakan minyak nilam dilakukan dengan cara memasukkan 10 mL asam asetat anhidrida ke dalam labu 150 mL (yang telah terangkai dalam seperangkat refluks). Kemudian ditambahkan 1 tetes $ZnSO_4$ pekat. Campuran kemudian direfluks selama 2, 4, 6 jam dengan rasio bahan : asetat anhidrid 1 : 1; 1 : 1,25; dan 1 : 1,50. Jalannya reaksi selama pengadukan dikontrol dengan pengamatan secara fisik terhadap campuran. Dalam hal ini adanya reaksi ditandai dengan terjadinya perubahan fisik campuran tersebut.

Pemurnian campuran hasil esterifikasi

Pemurnian campuran hasil esterifikasi dilakukan dengan cara mencuci campuran tersebut. Pencucian dilakukan berulang-ulang dengan menggunakan aquades sehingga diperoleh air cucian yang netral. Untuk menguji kenetralannya digunakan lakmus biru. Campuran hasil esterifikasi yang telah dicuci kemudian dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrida.

Karakterisasi dan identifikasi campuran hasil reaksi esterifikasi

Karakterisasi campuran hasil esterifikasi meliputi penentuan massa jenis dan indeks bias, sedangkan identifikasi komponen yang terdapat dalam campuran hasil esterifikasi dilakukan dengan instrumen GC-MS. Karakterisasi dan identifikasi ini dilakukan dengan metode yang sama dengan karakterisasi dan identifikasi yang dilakukan pada minyak nilam.

Analisis Data

Analisis data dilakukan berdasarkan data hasil karakterisasi dan identifikasi minyak nilam, dan campuran/senyawa hasil esterifikasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi minyak nilam

Karakterisasi minyak nilam pada penelitian ini meliputi penentuan bobot jenis dan indeks bias. Bobot jenis merupakan hasil perbandingan antara berat minyak dengan berat air pada volume dan suhu yang sama (BSN, 2006). Menurut Guenther (1987), parameter ini penting untuk mengetahui adanya zat asing dalam suatu cairan atau perubahan-perubahan yang dapat mempengaruhi mutu minyak tersebut.

a. Bobot jenis

Bobot jenis minyak nilam yang didapatkan dalam penelitian ini adalah 0,965. Nilai bobot jenis ini sudah memenuhi standar SNI yang telah ditetapkan yaitu sebesar 0,950-0,975. Menurut Rizal (2010), bobot jenis menandakan perbandingan jumlah fraksi berat dan fraksi ringan yang terkandung di dalam minyak. Semakin banyak fraksi berat yang terkandung, maka bobot jenisnya akan semakin tinggi. Fraksi berat ini dipengaruhi oleh panjangnya rantai molekul senyawa yang terkandung dalam minyak. Patchouli alkohol merupakan senyawa yang memiliki rumus molekul $C_{15}H_{26}O$, sehingga senyawa ini memiliki rantai molekul yang cukup panjang yang mengakibatkan minyak yang didominasi oleh komponen patchouli alkohol memiliki bobot jenis yang tinggi.

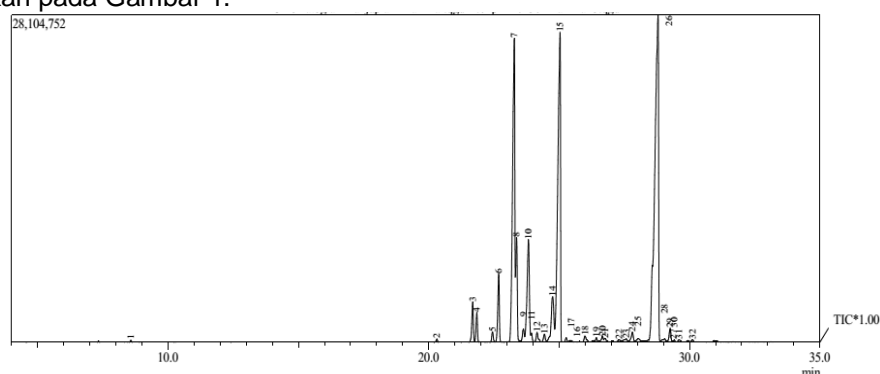
b. Indeks bias

Indeks bias merupakan perbandingan antara kecepatan cahaya di dalam udara dengan kecepatan cahaya di dalam zat tersebut pada suhu tertentu (Armando, 2009). Menurut Guenther (1987), nilai indeks bias minyak nilam atau minyak atsiri lainnya dapat diketahui dengan menggunakan alat refraktometer Abbe.

Hasil analisis indeks bias minyak nilam adalah 1,510. Nilai indeks bias ini sudah memenuhi standar SNI yang telah ditetapkan yaitu sebesar 1,507 – 1,515. Guenther (1987), menjelaskan bahwa tinggi rendahnya nilai bobot jenis suatu minyak atsiri akan mempengaruhi nilai indeks bias yang dihasilkan. Armando (2009) menyatakan bahwa semakin banyak komponen berantai panjang seperti *sesquiterpen* atau komponen bergugus oksigen yang terkandung maka kerapatan medium minyak atsiri akan bertambah akibatnya cahaya yang datang akan lebih sukar dibiaskan, sehingga nilai indeks bias menjadi lebih besar.

Identifikasi komponen penyusun minyak nilam dengan GC-MS

Kromatogram hasil analisis komposisi minyak nilam dengan menggunakan GC-MS ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Kromatogram analisis komposisi kimia minyak nilam

Hasil analisis minyak nilam dengan menggunakan GC-MS menunjukkan bahwa terdapat 32 senyawa kimia penyusun minyak nilam yang dapat teridentifikasi. Senyawa-senyawa penyusun minyak nilam hasil analisis ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Senyawa-senyawa penyusun minyak nilam yang teridentifikasi dengan menggunakan GC-MS

Peak	R. Time	Area (%)	Nama Komponen
1	8,574	0,07	2-.BETA.-PINENE
2	20,310	0,11	.delta.-Elemene
3	21,688	1,73	.beta.-Patchoulene
4	21,843	1,20	2,4-DIISOPROPENYL-1-METHYL-1-VINYL-CYCLOHEXANE
5	22,448	0,45	Cinerin I ; (R)-3-(but-2-enyl)-2-methyl-4-oxocyclopent-2-enyl(R)-trans-chrysanthemate
6	22,685	3,06	Beta.-CARYOPHYLLENE
7	23,280	18,10	.alpha.-Guaiene
8	23,369	4,67	SEYCHELLENE
9	23,632	0,72	.alpha.-Humulene
10	23,819	6,65	.alpha.-Patchoulene
11	23,941	0,29	trans-Caryophyllene
12	24,155	0,49	.BETA.-CARYOPHYLLENE
13	24,440	0,38	ALLOAROMADENDRENE
14	24,750	3,32	ALLOAROMADENDRENE
15	25,033	20,08	.delta.-Guaiene
16	25,268	0,18	.gamma.-Gurjunene
17	25,466	0,13	Cyclooctene, 4-methylene-6-(1-propenylidene)-
18	25,993	0,36	BICYCLO[5.2.0]NONANE, 4,8,8-TRIMETHYL-2-METHYLENE-
19	26,431	0,16	(-)-Caryophyllene oxide
20	26,664	0,30	(-)-Caryophyllene oxide
21	26,760	0,14	Kauran-18-al, 17-(acetyloxy)-, (4.beta.)-

22	27,298	0,06	Caryophyllene oxide
23	27,580	0,04	Estran-3-one, 17-(acetyloxy)-2-methyl-,
24	27,810	0,48	1H-Cycloprop[e]azulen-4-ol, decahydro-1,1,4,7-tetramethyl-,
25	28,032	0,17	1H-Cycloprop[e]azulen-4-ol, decahydro-1,1,4,7-tetramethyl-,
26	28,791	33,61	Patchouli alcohol
27	28,958	0,09	CARYOPHYLLENE OXIDE
28	29,047	0,10	2H-Pyran-2,4(3H)-dione, 3-acetyl-6-methyl-
29	29,258	0,58	2H-Pyran-2,4(3H)-dione, 3-acetyl-6-methyl-
30	29,417	0,07	2-Cyclopenten-1-one, 3-methyl-2-(2,4-pentadienyl)-,
31	29,601	0,09	7-Oxabicyclo 4.1.0 heptane, 1-methyl-4-(2-methyloxiranyl)-
32	30,116	0,10	CARYOPHYLLENE OXIDE

Isolasi patchouli alkohol dengan distilasi fraksinasi

Hasil distilasi fraksinasi minyak nilam diperoleh tiga fraksi yang ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Fraksi-fraksi minyak nilam (fraksi 1-3)

Distilasi fraksinasi dilakukan dengan suhu labu 30-190 °C pada tekanan ± 2 KPa ($\pm 15,001$ mmHg). Semakin tinggi suhu labu menghasilkan fraksi dengan kadar patchouli alkohol yang makin tinggi, yaitu 81,34% pada fraksi 3 dengan titik didih distilat 180-190°C (Tabel 2).

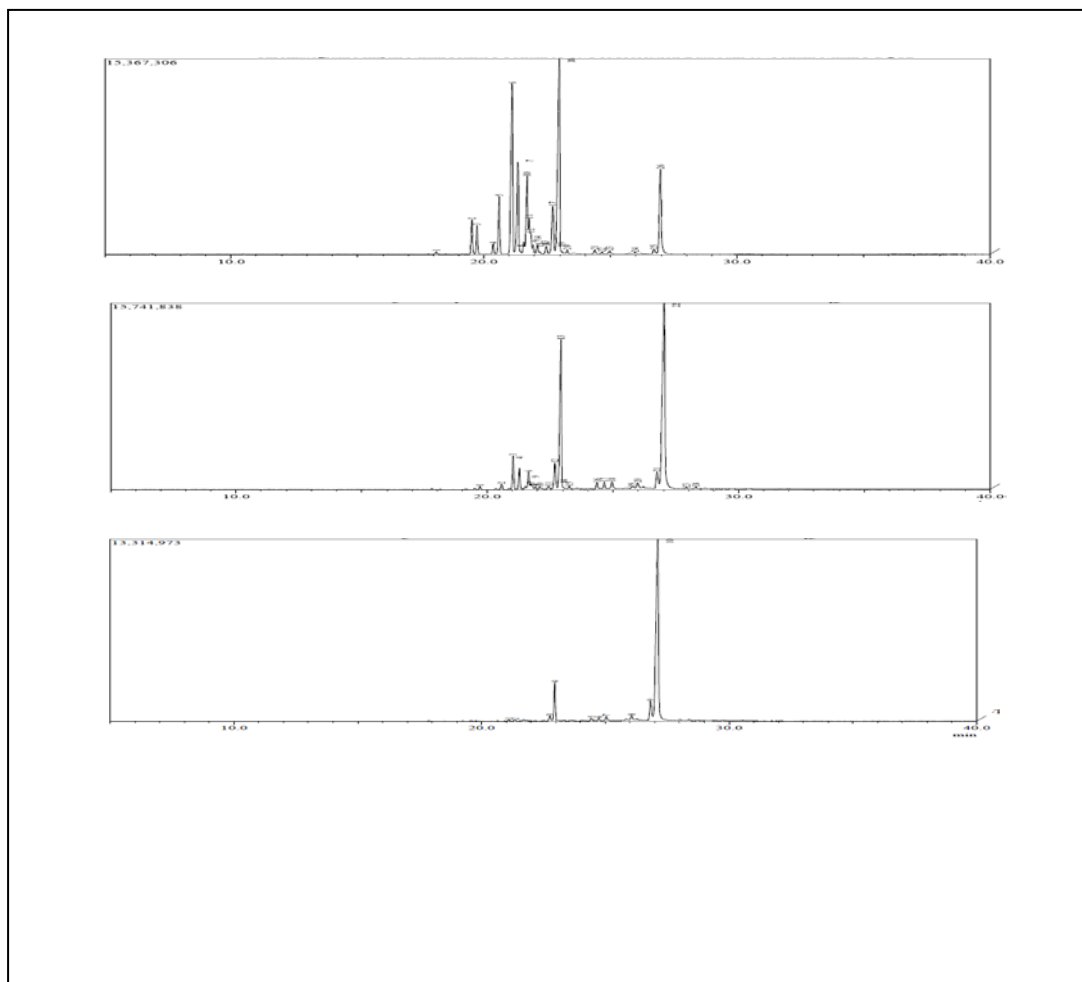
Tabel 2. Hasil distilasi fraksinasi minyak nilam

Fraksi	Suhu Labu (°C)	Kadar PA (%)
1	90-100	9,88
2	125-135	46,79
3	180-190	81,34

Hasil penelitian Yanyan *et al.* (2004), dengan distilasi fraksinasi pada tekanan 75 mmHg diperoleh 2 fraksi. Pada fraksi 1 diperoleh kadar patchouli alkohol sebesar 35,55% dengan suhu titik didih distilat 46-80°C, sedangkan pada fraksi 2 diperoleh kadar patchouli alkohol sebesar 49,9% dengan suhu titik didih distilat 80-120°C.

Menurut Suryatmi (2008), analisis GC-MS hasil distilasi fraksinasi dengan variasi suhu *rotavapor* 120°C, 125°C, 130°C, 135°C menunjukkan bahwa terjadi peningkatan kadar patchouli alkohol seiring dengan peningkatan suhu *rotavapor* yaitu berurut-urut dari 15,22%, 26,99%, 42,18% dan 54,83%, dan sebaliknya terjadi penurunan kadar norpatchoulenol, bulnesen, alpha-patchoulen, dan alpha-guajen. Senyawa-senyawa yang tergolong fraksi ringan yang lebih mudah menguap adalah bulnesen, alpha-patchoule, dan alpha-guajen, sedangkan senyawa yang tergolong fraksi tengah yaitu norpatchoulenol, dan senyawa yang tergolong fraksi berat yang lebih sulit menguap yaitu patchouli alkohol.

Kromatogram fraksi minyak nilam mulai dari fraksi 1 sampai fraksi 3 ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Kromatogram minyak nilam dan fraksi 1-3

Dari Gambar 3 dapat dilihat bahwa makin tinggi nomor fraksi (fraksi 3) maka makin sedikit macam komponen penyusunnya, hal ini disebabkan karena komponen yang bertitik didih rendah telah menguap terlebih dahulu pada fraksi-fraksi sebelumnya. Meningkatnya kadar patchouli alkohol disebabkan karena menurunnya kadar komponen non patchouli alkohol yang lain. Menurut Guenther (1948), patchouli alkohol mempunyai titik didih yang lebih tinggi dibandingkan dengan komponen penyusun minyak nilam yang lain (140°C pada tekanan 8 mmHg). Hasil analisis komposisi masing-masing fraksi dengan menggunakan GC-MS menunjukkan bahwa kadar patchouli alkohol meningkat dari fraksi 1 sampai fraksi 3, sebaliknya terjadi penurunan kadar δ -guaiena, α -guaiena, seychellena dan α -patchoulena.

Reaksi esterifikasi minyak nilam dan patchouli alkohol dengan asam asetat

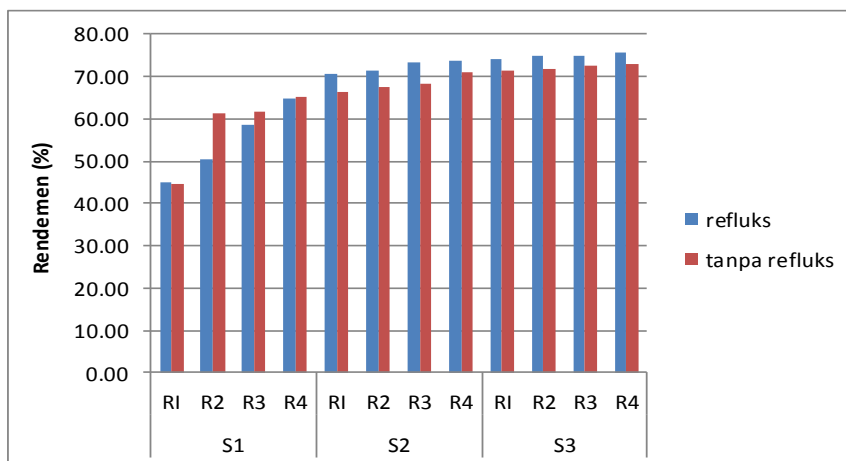
Proses esterifikasi minyak nilam dilakukan dengan cara mereaksikan minyak nilam dan asetat anhidrida dengan katalis ZnSO_4 . Pada awalnya minyak nilam, asetat anhidrida dan ZnSO_4 merupakan cairan berwarna kuning kecoklatan. Namun setelah beberapa menit pengadukan campuran berubah menjadi berwarna kuning lebih muda dan lebih jernih. Setelah reaksi esterifikasi antara minyak nilam dan asetat anhidrida

dihentikan, campuran ini dibiarkan kemudian dimasukkan dalam corong pisah dan dicuci dengan air berulang-ulang sampai air cucian menjadi netral yang ditandai dengan tidak berubahnya warna dari kertas lakmus biru. Proses ini menghasilkan dua lapisan yaitu lapisan atas (fasa organik) yang berupa larutan kuning lebih muda dan jernih, dan lapisan bawah (fasa anorganik) berupa larutan kuning tidak berwarna.

Pencucian dengan air ini bertujuan untuk menghilangkan asam yang masih terdapat dalam campuran reaksi, karena sifat asam yang mudah larut dalam air. Adanya asam ini diduga adalah asam sulfat (yang digunakan sebagai katalis) dan asam asetat yang merupakan hasil samping reaksi. Selain itu, pencucian dengan air juga bertujuan untuk menghilangkan sisa anhidrida yang tidak bereaksi, karena asetat anhidrida dalam air akan terhidrolisis membentuk asam asetat yang larut dalam air. Senyawa hasil esterifikasi yang telah netral selanjutnya ditambah natrium sulfat anhidrida untuk menghilangkan sisa air yang masih tertinggal dalam campuran akibat pencucian. Penambahan ini dihentikan jika senyawa hasil esterifikasi telah bebas dari air yang ditunjukkan dengan tidak adanya perubahan bentuk natrium sulfat anhidrida yang berupa serbuk, selanjutnya dilakukan dekantasi untuk memisahkan natrium sulfat anhidrida dengan senyawa hasil esterifikasi. Digunakan natrium sulfat anhidrida karena harganya murah, netral, mempunyai kemampuan yang baik dalam mengikat molekul air, inert dan cukup efektif. Senyawa hasil esterifikasi kemudian dihitung rendemennya dan kemudian dikarakterisasi lebih lanjut meliputi bobot jenis, indeks bias dan komposisi kimia senyawa penyusunnya.

a. Rendemen

Berdasarkan hasil perhitungan rendemen menunjukkan bahwa rendemen senyawa hasil esterifikasi berkisar antara 45% - 75,55% dengan rata-rata 66,74%. Rendemen tertinggi diperoleh pada perlakuan metode esterifikasi dengan menggunakan refluks. rasio bahan : reaktan = 1 : 1,75, waktu reaksi 6 jam, sedangkan rendemen terendah diperoleh pada perlakuan metode esterifikasi tanpa dengan menggunakan refluks. rasio bahan : reaktan = 1 : 1 dan waktu reaksi 2 jam. Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa interaksi metode esterifikasi, rasio bahan : reaktan, dan waktu reaksi berpengaruh nyata terhadap rendemen campuran hasil esterifikasi (Gambar 4).



Gambar 4. Pengaruh interaksi metode esterifikasi, rasio bahan : reaktan, dan waktu reaksi terhadap rendemen campuran hasil esterifikasi (KK = 2,14%)

Berdasarkan Gambar 4 menunjukkan bahwa nilai rendemen terus meningkat seiring bertambahnya waktu reaksi. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu reaksi maka kontak antara bahan baku dalam proses esterifikasi akan semakin lama dan memberikan peluang bahan baku terkonversi menjadi produk sehingga diperoleh nilai rendemen yang semakin banyak. Akan tetapi pada waktu reaksi 4 jam dan 6 jam kenaikan konversi tidak

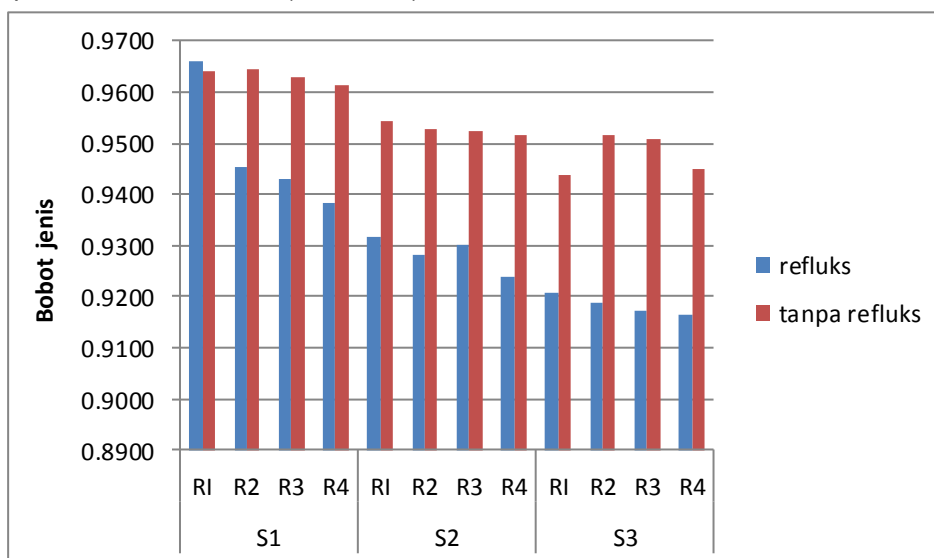
begitu signifikan bahkan bisa dikatakan hampir konstan hal ini kemungkinan dikarenakan semua bahan baku sudah terkonversi menjadi produk.

Selain itu, pada penelitian yang telah dilakukan pengaruh rasio asetat anhidrida : minyak nilam divariasikan antara 1:1 sampai 1:1,75. Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin banyak asetat anhidrida yang ditambahkan maka nilai rendemen semakin tinggi. Hal ini disebabkan karena konversi reaksi semakin besar, hal ini dikarenakan penambahan asetat anhidrida berlebihan akan menggeser kesetimbangan reaksi kekanan sehingga senyawa ester yang dihasilkan akan semakin banyak. Nilai rendemen campuran hasil esterifikasi dengan menggunakan metode refluks lebih tinggi dibandingkan dengan tanpa menggunakan refluks. Hal ini disebabkan karena dengan menggunakan metode refluks jumlah zat yang bereaksi adalah tetap, karena pemanasan yang dilakukan tidak menyebabkan penguapan pereaksi maupun hasil reaksi.

Reaksi kimia kadang dapat berlangsung sempurna pada suhu diatas suhu kamar atau pada titik didih pelarut yang digunakan pada sistem reaksi. Agar reaksi kimia tersebut dapat berlangsung secara sempurna, maka campuran reaksi perlu dipanaskan. Tetapi pemanasan akan menyebabkan penguapan pereaksi maupun hasil reaksi, karena itu agar campuran reaksi dapat dipanaskan tetapi jumlah zat tetap maka reaksi dapat dilakukan dengan cara refluks. Reaksi senyawa-senyawa organik umumnya lambat. Agar kecepatan reaksi dapat diperbesar, maka campuran reaksi perlu dipanaskan. Tetapi pemanasan akan menyebabkan penguapan pereaksi maupun hasil reaksi, karena itu agar campuran reaksi dapat dipanaskan tetapi jumlah zat tetap maka reaksi dapat dilakukan dengan cara refluks (Geankoplis, 1983).

b. Bobot jenis

Penentuan bobot jenis dilakukan dengan menimbang 1 mL senyawa hasil esterifikasi menggunakan gelas ukur, pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali. Berdasarkan hasil analisis bobot jenis menunjukkan bahwa bobot jenis senyawa hasil esterifikasi berkisar antara 0,9164 – 0,9661 dengan rata-rata 0,9431. Bobot jenis tertinggi diperoleh pada metode esterifikasi menggunakan refluks, rasio bahan : reaktan = 1 : 1 dan waktu reaksi 2 jam, sedangkan bobot jenis terendah diperoleh pada metode esterifikasi menggunakan refluks, rasio bahan : reaktan = 1 : 1,75 dan waktu reaksi 6 jam. Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa interaksi metode esterifikasi, rasio bahan : reaktan dan waktu reaksi berpengaruh sangat nyata terhadap bobot jenis campuran hasil esterifikasi (Gambar 5).



Gambar 5. Pengaruh interaksi metode esterifikasi, rasio bahan : reaktan dan waktu reaksi terhadap bobot jenis campuran hasil esterifikasi (KK = 0,18%)

Berdasarkan Gambar 5 menunjukkan bahwa nilai bobot jenis menurun seiring bertambahnya waktu reaksi. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu reaksi maka kontak antara bahan baku dalam proses esterifikasi akan semakin lama dan memberikan peluang bahan baku terkonversi menjadi produk sehingga diperoleh menyebabkan senyawa ester yang terbentuk semakin banyak. Berdasarkan hasil analisis GC-MS komposisi campuran hasil esterifikasi menunjukkan bahwa senyawa ester hasil proses esterifikasi minyak mempunyai berat molekul lebih kecil dibandingkan dengan berat molekul patchouli alkohol yang terdapat di dalam minyak nilam. Berat molekul berbanding lurus dengan nilai bobot jenis, sehingga semakin banyak senyawa ester yang terbentuk menyebabkan semakin rendah nilai bobot jenis.

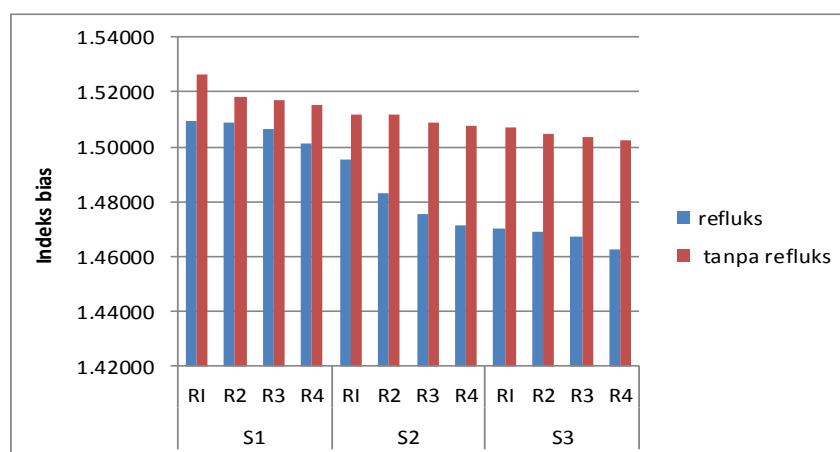
Selain itu, pada penelitian yang telah dilakukan pengaruh rasio asetat anhidrida : minyak nilam divariasikan antara 1:1 sampai 1:1,75. Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin banyak asetat anhidrida yang ditambahkan maka nilai bobot jenis semakin rendah. Hal ini disebabkan karena konversi reaksi semakin besar, menyebabkan senyawa ester yang terbentuk semakin banyak dan menghasilkan nilai bobot jenis yang semakin rendah.

Nilai bobot jenis campuran hasil esterifikasi dengan menggunakan metode refluks lebih rendah dibandingkan dengan tanpa menggunakan refluks. Hal ini disebabkan karena rendemen campuran hasil esterifikasi lebih tinggi sehingga menunjukkan senyawa ester yang terbentuk makin banyak dan nilai bobot jenis makin rendah.

c. Indeks bias

Indeks bias senyawa hasil esterifikasi ditentukan dengan refraktometer Abbe Atago IT. Penentuan indeks bias dilakukan sebanyak tiga kali pada suhu ruang (25,5°C). Nilai indeks bias senyawa hasil esterifikasi dikonversikan pada suhu 20°C.

Berdasarkan hasil analisis indeks bias menunjukkan bahwa bobot jenis senyawa hasil esterifikasi berkisar antara 1,4726 – 1,5261 dengan rata-rata 1,4990. Indeks bias tertinggi diperoleh pada metode esterifikasi menggunakan refluks, rasio bahan : reaktan = 1 : 1 dan waktu reaksi 2 jam, sedangkan indeks bias terendah diperoleh pada metode esterifikasi menggunakan refluks, rasio bahan : reaktan = 1 : 1,75 dan waktu reaksi 6 jam. Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa interaksi metode esterifikasi, rasio bahan : reaktan dan waktu reaksi berpengaruh sangat nyata terhadap nilai indeks bias campuran hasil esterifikasi (Gambar 6).



Gambar 6. Pengaruh interaksi metode esterifikasi, rasio bahan : reaktan dan waktu reaksi terhadap indeks bias campuran hasil esterifikasi (KK = 0,12%)

Berdasarkan Gambar 6 menunjukkan bahwa nilai indeks bias menurun seiring dengan bertambahnya waktu reaksi dan rasio bahan : reaktan. Nilai indeks bias lebih rendah pada proses esterifikasi menggunakan metode refluks. Nilai indeks bias

berbanding lurus dengan nilai bobot jenis. Semakin rendah nilai bobot jenis maka nilai indeks bias juga semakin rendah.

KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa minyak nilam yang digunakan sebagai bahan baku memiliki 32 senyawa komponen penyusun minyak nilam, memiliki karakter berupa cairan kuning kecoklatan dengan bau khas yang memiliki bobot jenis 0,965 g/mL dan indeks bias 1,510. Reaksi esterifikasi minyak nilam dengan asam asetat anhidrida dan katalis asam sulfat menyebabkan terjadinya perubahan aroma dan warna minyak tersebut. Campuran hasil esterifikasi mempunyai aroma yang lebih tajam dengan warna yang semula kuning kecoklatan menjadi kecoklatan. Campuran hasil esterifikasi memiliki rata-rata bobot jenis 0,9431 g/mL dan indeks bias 1,4990. Analisis GC-MS menunjukkan bahwa esterifikasi menyebabkan kandungan patchouli asetat dalam minyak nilam meningkat, yang semula 24,21% menjadi 33,38%.

DAFTAR PUSTAKA

- Akhila, A., Sharma, P.K., and Thakur, R.S., 1987. 1,2-Hydrogen shifts during the biosynthesis of patchoulenes in *Pogostemon cablin*. *Phytochemistry*, 26, 2705 – 2707.
- Bulan, R., 2000. Isolasi, identifikasi dan sintesis turunan patchouli alkohol dari minyak nilam. *Tesis*. UGM. Yogyakarta.
- Corine, M.B., and Sellier, N.M., 2004, Analysis of the essential oil of Indonesian patchouli (*Pogostemon cablin* Benth.) using GC/MS (EI/CI). *J. Essent. Oil Res*, 3, 16-17.
- Donelian, A., Carlson, L.H.C., Lopes, T.J., and Machado, R.A.F., 2009. Comparison of extraction of patchouli (*Pogostemon cablin*) essential oil with supercritical CO₂ and by steam distillation. *J. Supercritical Fluids*, 2, 15-20.
- Dummond, H.M., 1960, Patchouli oil, *J. Perfumery and Essential Oil*, 484-493.
- Dung, N.X., Leclercq, P.A., Thain, T.H., and Moi, L.D., 1989, Chemical composition of patchouli oil from Vietnam. *J. Essent. Oil Research*, 3, 1-2.
- Mulyaningsih, E. 2010. Esterifikasi eugenol dalam minyak atsiri bunga cengkeh hasil isolasi dari bunga cengkeh (*Syzygium aromaticum*) dengan asam asetat. Universitas Negeri Malang.
- Sasongko, A. 2011. Esterifikasi Patchouli Alkohol dalam Minyak Nilam dengan Variasi Mol Asetat Anhidrid Menggunakan Katalis ZnCl₂. *Tesis*. Universitas Brawijaya.
- Standar Nasional Indonesia, 2006. Standar Minyak Nilam. No. 06-2385-2006. Jakarta.