

MEMPELAJARI PROSES PENYULINGAN MINYAK NILAM MELALUI DELIGNIFIKASI DAUN

[Study on Distillation Process of Patchouli Oil Through Leaves Delignification]

Nasruddin¹⁾, Gatot Priyanto²⁾, dan Basuni Hamzah²⁾

¹⁾ Staf Balai Industri, Mahasiswa Program Doktor Ilmu Pertanian Pascasarjana-UNSRI

²⁾ Staf Fakultas Pertanian dan Pascasarjana-UNSRI

Diterima 20 Oktober 2005 / Disetujui 6 Februari 2006

ABSTRACT

Research was objected to determine the effect of patchouli leaves preparation on the distillation efficiency and quality of patchouli oil. The patchouli leaves (*Pogostemon cablin* Benth) were taken from Pandan Dulang Village, Muara Enim. It was separated from the stems and dried until maximum moisture content of 15%. Experiment was conducted in two replications base on these treatments, i.e delignification temperatures (55°C, 80°C) and fermentation time (2, 4, 6, 8 days). NaOH solution (0.25%) was used for delignification. The distillation process was conducted at $100 \pm 2^\circ\text{C}$ and ambient pressure environment. Patchouli oil quality was expressed as several parameter such as ester numbers, acid numbers, and specific gravity.

The results showed that increasing of fermentation time is followed by decreasing of the patchouli oil quality. Delignification at 55°C for 6 days was identified as the treatment produced the highest efficiency process which about 2.346% (w/w) of patchouli oil that could be extracted and showed specific gravity 0.959, acid number 0.761 and ester number 4.561. All patchouli oil produced using the treatment of fermentation time were in the range of physico-chemical quality standard of patchouli oil given by SNI no. 06-2385-1991

Key words : patchouli leaves, preparation, delignification, fermentation, and distillation.

PENDAHULUAN

Minyak nilam (*Pogostemon cablin* BENTH) dalam perdagangan disebut *patchouli oil*, merupakan salah satu produk minyak atsiri (*essential oil*). Komponen utamanya terdiri dari senyawa seskiterpen (40–50%) dan *patchouli alcohol* (oxygenated terpen, 55%-69%) yang terdiri dari *benzaldehyde*, *eugenol benzoate*, *sinnamat aldehida*, alkohol dan semikarbazon (Ketaren, 1987). Menurut Moestofa et al., (1992) dan Hernani et al., (1989) minyak nilam mempunyai bau harum yang terdiri dari: senyawa terpen bercampur dengan alkohol, aldehida dan ester. Minyak nilam banyak digunakan pada industri minyak wangi sebagai salah satu bahan pengikat senyawa flavour (*fixative*), bahan parfum, industri sabun, penyubur rambut dan industri rokok (Purseglove, 1981).

Minyak nilam diperoleh dari penyulingan daun tanaman nilam dengan cara penyulingan uap. Penyulingan minyak nilam didefinisikan sebagai "pemisahan komponen suatu campuran dari dua jenis cairan atau lebih berdasarkan perbedaan tekanan uap dari masing-masing zat" (Guenther, 1987). Hasil yang diperoleh pada awal penyulingan sebagian besar terdiri dari komponen kimia yang mempunyai titik didih rendah lalu disusul oleh komponen-komponen yang bertitik didih tinggi (Anonymous, 1993). Minyak nilam dalam tanaman

aromatik dikelilingi oleh kelenjar minyak, pembuluh-pembuluh, kantong-kantong minyak atau rambut glandular. Bila bahan dibiarkan utuh, minyak atsiri hanya dapat diekstraksi apabila uap air berhasil melalui jaringan tanaman dan mendesaknya ke permukaan (Guenther, 1987). Penyulingan dengan air dan uap lebih unggul karena proses dekomposisi minyak lebih kecil (hidrolisa ester, depolimerisasi, deresinifikasi dan lain-lain) serta pengaruh tekanan dan suhu yang dapat mempengaruhi mutu minyak dapat dikendalikan. Suhu dapat diartikan sebagai derajat panas dari agitasi molekul suatu bahan (Toledo, 1997). Bila suatu permukaan bersentuhan dengan zat cair yang lebih tinggi dari suhu zat cair itu, akan terjadi pendidihan dan pindah pabab berlangsung pada perbedaan suhu permukaan dan suhu jenuh (Holman, 1986). Titik didih didefinisikan sebagai nilai suhu pada tekanan atmosfer atau pada tekanan tertentu, dimana cairan berubah menjadi uap, atau suhu pada saat tekanan uap dari cairan tersebut sama dengan tekanan gas (Guenther, 1987).

Waktu penyulingan minyak nilam dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain: berat daun, cara penyulingan, perlakuan pendahuluan bahan, geometri dan dimensi alat penyulingan. Waktu penyulingan yang singkat menghasilkan rendemen dan bobot jenis rendah. Sebaliknya, waktu penyulingan terlalu lama menyebabkan kekosongan minyak, menaikkan bilangan

asam dan menghasilkan minyak yang mengandung resin yang tidak enak baunya. Upaya peningkatan mutu minyak nilam dilakukan dengan cara perbaikan mutu bahan baku, perlakuan bahan baku prapenyulingan (didelignifikasi dengan NaOH serta difermentasi dengan memanfaatkan aktivitas kapang *Trichoderma viride*). Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari seberapa besar kontribusi perlakuan prapenyulingan, waktu penyulingan terhadap peningkatan mutu minyak nilam sehingga dapat memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI).

METODOLOGI

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun nilam dengan kadar air maksimum 15%, biakan murni kapang *Trichoderma viride* dari Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Biologi LIPI Bogor, dan natrium hidroksida 0,25% untuk mendelignifikasi daun nilam.

Alat

Alat yang digunakan adalah satu unit alat penyulingan, sentrifuse dan alat pengujian untuk bilangan asam dan bilangan ester menurut SNI 06-2385-1991 tentang cara uji minyak nilam.

Metode percobaan

Percobaan dilakukan dalam tiga tahap. Tahap pertama, pengeringan daun nilam hingga kadar air maksimum 15%, dengan tujuan untuk mengurangi aktivitas air dan menginaktivkan enzim. Tahap kedua, perlakuan delignifikasi dan fermentasi daun.

Delignifikasi dengan NaOH 0,25% pada suhu perebusan 55 dan 80°C masing-masing selama 30 menit. Hasil delignifikasi bagian daun ditiriskan di atas kawat kasa, selanjutnya difermentasi dengan kapang *Trichoderma viride* selama 2, 4, 6 dan 8 hari). Tahap ketiga, penyulingan dari masing-masing perlakuan dengan menggunakan sistem pengukusan pada suhu $100 \pm 2^\circ\text{C}$ bertekanan uap 1 atm (*low pressure steam*) selama 8 jam.

Terhadap hasil penyulingan berupa minyak nilam dilakukan pengujian untuk mengetahui efisiensi penyulingan yang dinyatakan dengan rendemen, selanjutnya kualitas minyak nilam diuji di laboratorium dengan pengukuran sifat fisiko-kimia berupa: berat jenis (metode gravimetri), bilangan asam dan bilangan ester (metode titrimetri) berdasarkan standar mutu minyak nilam SNI 06-2385-1991.

Rancangan percobaan

Model Rancangan Percobaan yang digunakan pada penelitian ini adalah Rancangan Acak Kelompok (Sastrosupadi, 2000) Faktorial dengan 2 (dua) ulangan

dengan masing-masing 2 dan 4 taraf perlakuan. Model data pengamatan dinyatakan dengan faktor perlakuan yang digunakan sebagai berikut:

$$Y_{ij} = \mu + A_i + B_j + (AB)_{ij} + \Sigma_{ij}$$

μ = Nilai tengah umum.

A_i = Perlakuan suhu delignifikasi dengan NaOH 0,25% pada suhu ke i

$$i = 1 \quad A_1 = T \ 55^\circ\text{C}$$

$$i = 2 \quad A_2 = T \ 80^\circ\text{C}$$

B_j = Pengaruh perlakuan waktu fermentasi hari ke j

$$j = 1 \quad B_1 = \text{fermentasi 2 hari}$$

$$j = 2 \quad B_2 = \text{fermentasi 4 hari}$$

$$j = 3 \quad B_3 = \text{fermentasi 6 hari}$$

$$j = 4 \quad B_4 = \text{fermentasi 8 hari}$$

Σ_{ij} = Pengaruh galat percobaan dari perlakuan ke i dan ulangan ke- j

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh waktu fermentasi terhadap mutu produk dari daun nilam yang didelignifikasi pada suhu 55°C.

Perlakuan waktu fermentasi setelah daun nilam didelignifikasi dengan NaOH pada suhu perebusan 55°C ternyata berpengaruh nyata terhadap rendemen dan berat jenis seperti terlihat pada Tabel 1. Hubungan antara rendemen, berat jenis, bilangan asam dan bilangan ester terhadap waktu fermentasi, ditinjau dari sifat fisikokimia hasil sulingan delignifikasi suhu perebusan 55°C berdasarkan uji statistik ternyata sifat-sifat tersebut mempunyai perbedaan yang signifikan. Waktu fermentasi mempengaruhi rendemen, berat jenis dan bilangan asam, juga dapat meningkatkan kadar *patchouliol* yang optimal serta pembentukan ester-ester rendah yang beraroma. Delignifikasi dengan NaOH dapat memotong senyawa polimer dengan ikatan β -1,4 glikosidik yang bersifat tidak larut. Delignifikasi dapat melepaskan lignin terutama pada dinding sel kedua, pada lamela tengah dimana lignin yang menyatukan sel-sel tanaman, adanya lignin akan menghambat kinerja uap panas untuk mencapai *slowest heating zone* dan menghambat terjadinya penguapan minyak dalam proses penyulingan. Lamanya waktu fermentasi dapat memberikan kesempatan kapang merombak selulolitik dan sel daun. Selulosa cenderung membentuk mikrofibril melalui ikatan hidrogen inter dan intermolekuler sehingga memberikan struktur yang kuat (Ward dan Moo-Young, 1998). Mikrofibril selulose terdiri dari dua tipe yang kristalin dan amorf, dimana struktur kristal dibungkus oleh lignin, sehingga resisten terhadap enzim (Mars dan Gray, 1986).

Tabel 1. Rendemen, berat jenis, bilangan asam dan bilangan ester pada berbagai waktu fermentasi daun nilam yang telah delignifikasi pada suhu 55°C.

Waktu Fermentasi (hari)	Rendemen (%)	Berat Jenis g/cm ³	Bilangan asam (%)	Bilangan ester (%)
2	2,086	0,973	1,291	5,592
4	1,954	0,974	1,088	5,743
6	2,343	0,959	0,761	4,561
8	1,923	0,966	0,717	3,754

Rendemen dan berat jenis

Hasil analisis sifat fisikokimia minyak nilam seperti terlihat pada Tabel 1. perlakuan waktu fermentasi selama 6 hari menghasilkan rendemen tertinggi 2,346% (w/w), berbeda sangat nyata jika dibandingkan dengan waktu fermentasi 2, 4 dan 8 hari. Semua perlakuan waktu fermentasi berdasarkan hasil uji laboratorium terhadap semua parameter yang meliputi berat jenis, bilangan asam dan bilangan ester menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan memenuhi standar mutu minyak nilam sesuai dengan SNI 06-2385-1991.

Fermentasi selama 6 hari, merupakan waktu fermentasi yang optimum dimana kinerja kapang *Trichoderma viride* dapat menghidrolisis selulosa dan lignin, sedangkan waktu fermentasi 2 dan 4 hari merupakan fase adaptasi kapang *Trichoderma viride* pada media daun nilam yang difermentasi. Selulosa merupakan salah satu penghambat keluarnya minyak pada waktu penyulingan, sebab struktur kristalin selulosa alami sangat kokoh dan tidak larut sehingga sangat sukar untuk dihidrolisis dalam waktu yang singkat. Kapang *Trichoderma viride* bertujuan untuk mendegradasi lignin dan hemiselulosa serta membuka struktur kristalin selulosa, sehingga pada saat penyulingan berlangsung minyak lebih muda keluar. Menurut Rosales dan Mew (1985) kapang *Trichoderma viride* merupakan jenis kapang yang potensial untuk merombak bahan organik. Aktivitas kapang dalam perombakan selulolitik daun nilam dapat mempermudah penguapan minyak yang terikat dalam *vacuola*, kelenjar minyak, pembuluh-pembuluh, kantung-kantung minyak atau rambut glandular, sehingga perpindahan uap panas jenuh untuk mencapai titik dingin (*slowest heating zone*) tidak memerlukan waktu yang lama. Molekul-molekul minyak yang terikat didalam *vacuola* sel-sel daun lebih mudah disuling bersama dengan uap jenuh. Menurut Toledo (1979) uap jenuh merupakan media pindah panas yang sangat efisien.

Fermentasi selain dapat mempengaruhi rendemen, berat jenis dan bilangan asam, juga dapat meningkatkan kadar patchoulol yang optimal serta pembentukan ester-ester rendah yang beraroma. Indikator pembentukan ester dapat tercium dari aroma minyak pada saat dilakukan penyulingan. Menurut Hadiman (1976) fermentasi dapat meningkatkan aroma minyak yang lebih enak dan halus.

Rendemen yang rendah pada perlakuan fermentasi 8 hari disebabkan terjadinya penguapan sebagian molekul-molekul minyak yang mempunyai titik didih rendah pada suhu kamar selama fermentasi. Penguapan minyak dengan titik didih rendah diperlihatkan dari hasil pengukuran berat jenis. Berat jenis dari berbagai perlakuan prapenyulingan bervariasi antara 0,959 g/cm³ - 0,974 g/cm³ (Tabel 1) dan berada di antara nilai berat jenis menurut persyaratan SNI 06-2385-1991 dan Guenther (1987). Menurut SNI 06-2385-1991, berat jenis yang memenuhi persyaratan antara 0,943 g/cm³ - 0,983 g/cm³. Sedangkan menurut Guenther, 1987, berat jenis dapat menentukan mutu dan kemurnian minyak dengan nilai antara 0,696 g/cm³ - 1,188 g/cm³.

Perlakuan fermentasi 2 hari baik pada suhu delignifikasi 55°C dan 80°C merupakan fase awal sejak inokulasi kapang pada daun dan merupakan suatu fase periode adaptasi, sedangkan perlakuan waktu fermentasi 4 hari suhu delignifikasi 55°C merupakan fase eksponensial dan fase stasioner untuk perlakuan waktu fermentasi 4 hari suhu delignifikasi 80°C, sedangkan untuk perlakuan fermentasi 8 hari suhu delignifikasi 80°C merupakan fase kematian. Rendemen yang dihasilkan pada perlakuan waktu fermentasi 4 hari suhu delignifikasi 55°C lebih tinggi (2,086% w/w) jika dibandingkan dengan perlakuan waktu fermentasi 2 hari suhu delignifikasi 55°C, dimana perlakuan waktu fermentasi 4 hari suhu delignifikasi 55°C molekul-molekul minyak yang mempunyai titik didih rendah menguap dari ikataan *vacuola* di dalam sel-sel daun. Adanya persenyawaan kimia mudah menguap terlihat dari hasil pengukuran nilai berat jenis (0,973 g/cm³) minyak nilam yang dihasilkan pada perlakuan waktu fermentasi 4 hari suhu delignifikasi 55°C lebih kecil jika dibandingkan dengan perlakuan waktu fermentasi 6 hari suhu delignifikasi 55°C dengan berat jenisnya 0,974 g/cm³ (Tabel. 1). Persenyawaan (*compound*) kimia mudah menguap menurut Guenther (1987) termasuk golongan hidrokarbon asiklik dan hidrokarbon isosiklik serta turunan hidrokarbon yang telah mengikat oksigen. Jadi wajar jika rendemen yang dihasilkan pada perlakuan waktu fermentasi 6 hari suhu delignifikasi 55°C lebih besar dari perlakuan fermentasi 8 hari, dimana perlakuan fermentasi 8 hari rendemennya turun (1,954% w/w) secara statistik berbeda sangat nyata jika dibandingkan dengan perlakuan fermentasi 2,

4 dan 6 hari suhu delignifikasi 55°C. Kapang *Trichoderma viride* mempunyai kemampuan yang optimum dalam menghasilkan enzim selulase. Enzim selulase mempunyai kemampuan dalam menghidrolisis selulosa, sehingga molekul-molekul minyak yang terikat dalam *vacuola* jaringan daun lebih mudah keluar, dan kinerja uap panas untuk mengekstrak molekul-molekul minyak terutama di daerah titik dingin (*slowest heating zone*) tanpa mengalami hambatan yang signifikan. Menurut Rahayu dan Rahayu (1983), dimana adanya enzim selulase menyebabkan pemecahan selulosa serat menjadi komponen yang bersifat larut seperti selabiosa dan glukosa. Indikatornya terlihat dari rendemen yang dihasilkan pada perlakuan waktu fermentasi 6 hari suhu delignifikasi 55°C lebih tinggi (2,346% w/w) jika dibandingkan dengan perlakuan waktu fermentasi 2 hari suhu delignifikasi 55°C (2,086% w/w), perlakuan waktu fermentasi 4 hari suhu delignifikasi 55°C (1,954% w/w) dan perlakuan waktu fermentasi 4 hari suhu delignifikasi 80°C (1,538% w/w). Menurut Sa'id (1987) fase stasioner terjadi bila seluruh sel-sel berhenti membagi diri atau bilamana sel-sel hidup telah mencapai keseimbangan dengan sel-sel mati, yakni dengan kecepatan kematian. Perlakuan fermentasi 8 hari suhu delignifikasi 55°C dan fermentasi 8 hari suhu delignifikasi 80°C merupakan fase lisis kapang yang menyebabkan terjadinya suatu medium yang kompleks dari produk-produk hasil lisis sehingga rendemen yang dihasilkan lebih rendah. Perlakuan fermentasi 2, 6 dan 8 hari suhu delignifikasi 55°C laju peningkatan rendemen dan perubahan nilai berat jenis berfluktuasi antara 1,537% (w/w) sampai dengan 2,086% (w/w), dan berat jenis bervariasi antara 0,959 g/cm³ sampai dengan 0,973 g/cm³ (Tabel. 1 dan Tabel. 2). Perbedaan konsentration tersebut tergantung dari suhu delignifikasi, waktu fermentasi, dan aktivitas kapang dalam melakukan perombakan selulolitik pada sel-sel daun. Berat jenis yang tinggi dapat mempengaruhi persen rendemen, nilai indeks bias, absorban dan transmittan, semakin tinggi nilai berat jenis pada volume, temperatur dan tekanan yang sama, minyak akan semakin berat, warna minyak coklat kehitaman.

Fase stasioner suhu delignifikasi 80°C terjadi pada perlakuan fermentasi hari ke 4 dengan rendemen 1,904% (w/w), dan berat jenis 0,973 g/cm³. Tercapainya fase stasioner lebih cepat pada perlakuan fermentasi 4 hari, jika dibandingkan dengan fase stasioner suhu delignifikasi 55°C yang berlangsung pada fermentasi hari ke 6 (Tabel. 1). Suhu delignifikasi yang tinggi (80°C) dapat menyebabkan terjadinya perbedaan kecepatan tingkat pelepasan lignin dan perombakan selulosa secara fisik (pengaruh suhu tinggi), sehingga dapat mempercepat kinerja enzim selulase untuk melakukan aktivitasnya mendegradasi selulosa. Menurut Ward dan Mao-Young (1989) yang menyatakan selulosa dapat didegradasi oleh beberapa enzim kompleks yang disebut enzim selulase.

Kecepatan terbentuknya fase stasioner pada fermentasi hari ke 2 dimungkinkan oleh suhu delignifikasi

80°C yang tinggi sehingga mempermudah kinerja kapang dan keunggulan lainnya adalah terjadinya penurunan bilangan asam 1,086% cukup signifikan (Tabel. 2) jika dibandingkan pada fermentasi hari yang sama suhu delignifikasi 55°C (Tabel. 1), di mana bilangan asamnya adalah 0,974. Kelemahan suhu delignifikasi 80°C terlihat dari rendemen yang dihasilkan untuk fermentasi waktu yang sama cukup rendah, dimana perlakuan fermentasi hari ke 4 suhu delignifikasi 80°C rendemennya adalah 1,904% (w/w) (Tabel. 2). Perlakuan fermentasi selama 4 hari rendemennya 1,954% (w/w) (Tabel. 1). Suhu delignifikasi yang tinggi (80°C) memungkinkan terjadinya penguapan sebagian molekul minyak yang mempunyai titik didih rendah dan dapat mempercepat terjadinya netralisasi asam lemak bebas dan penurunan bilangan ester oleh NaOH, di samping itu, adanya pengadukan selama proses dan lamanya waktu fermentasi berlangsung memungkinkan dapat terjadinya kontak antara asam lemak bebas dengan NaOH yang digunakan menjadi lebih besar, sehingga jumlah asam bebas akan berkurang didalam minyak. Bentuk hubungan berat jenis dan rendemen dapat dipengaruhi oleh kadar air bahan, waktu fermentasi, suhu delignifikasi, dan aktivitas kapang dalam perombakan selulolitik sel daun. Menurut Ketaren (1986) bilangan ester ialah jumlah asam organik yang bersenyawa sebagai ester, dan mempunyai hubungan dengan bilangan asam. Penyebab lainnya adalah pada perlakuan suhu delignifikasi 80°C terbentuk emulsi minyak-air yang lebih dan sukar dipisahkan dari emulsi. Berdasarkan teori di atas, dapat dijelaskan bahwa terjadinya fluktuasi bilangan asam dan bilangan ester terpengaruh oleh suhu delignifikasi 80°C yang mempercepat terjadinya peningkatan kecepatan reaksi dengan NaOH yang digunakan dalam proses delignifikasi, sehingga semakin sulit minyak diemulsikan, sedangkan pada suhu delignifikasi 55°C (Tabel. 1) reaksi netralisasi yang terjadi berlangsung lambat.

Hasil analisis bilangan asam dan bilangan ester yang diperoleh dari perlakuan delignifikasi suhu 80°C mengalami penurunan signifikan, jika dibandingkan dengan bilangan asam dan bilangan ester hasil penyulingan yang dilakukan oleh petani (7,25%) untuk bilangan asam. Turunnya bilangan asam dan bilangan ester disebabkan oleh ternetralisasi asam lemak bebas dalam minyak oleh larutan NaOH dalam proses delignifikasi. Di samping itu, adanya pengadukan selama proses delignifikasi dan lamanya waktu fermentasi berlangsung memungkinkan dapat terjadinya kontak antara asam lemak bebas dengan NaOH yang digunakan menjadi lebih besar, sehingga jumlah asam bebas akan berkurang di dalam minyak. Hasil analisis keragaman menunjukkan perlakuan suhu delignifikasi dan waktu fermentasi berpengaruh sangat nyata terhadap bilangan asam dan bilangan ester.

Bilangan asam dan bilangan ester merupakan parameter yang nilainya harus dikondisikan untuk menjaga mutu minyak. Jika bilangan asam dan bilangan

ester dari suatu jenis minyak berubah maka akan diikuti oleh peningkatan nilai indeks bias, absorban dan transmittan, ini menandakan bahwa, minyak yang ada telah mengalami degradasi total (telah tercampur dengan air atau minyak lain).

Berdasarkan standar mutu yang ditetapkan untuk bilangan asam dan bilangan ester, maka semua bilangan asam dan bilangan ester minyak yang dihasilkan dari berbagai perlakuan waktu fermentasi dan waktu penyulingan memenuhi standar mutu menurut SNI minyak nilam. Sedangkan jika dibandingkan dengan contoh yang diuji dari hasil penyulingan yang dilakukan oleh petani dengan nilai bilangan asam 7,25 maka nilai bilangan asam yang dihasilkan dari penelitian ini jauh lebih rendah. Tingginya bilangan asam hasil penyulingan yang dilakukan oleh petani, dimungkinkan pada proses prapenyulingan dan pascapenyulingan belum dilakukan dengan baik, dimana bahan baku yang disuling terdiri dari daun dan dahan dengan kadar air lebih besar dari 15%. Disamping itu, minyak hasil sulingan dibiarkan di ruang terbuka. Hal ini memungkinkan terjadinya reaksi oksidasi dengan oksigen prapenyulingan dan pascapenyulingan yang memacu terjadinya kenaikan bilangan asam.

Bilangan asam dan bilangan ester

Hasil analisis keragaman menunjukkan pengaruh waktu fermentasi terhadap bilangan asam dan berat jenis berbeda sangat nyata berada pada kisaran nilai 0,716% -1,291%, sedangkan hasil analisis kadar bilangan ester berada di kisaran nilai 3,753% - 5,592%, hasil analisis tersebut memenuhi standar minyak nilam yang ditentukan. Menurut SNI 06 – 2385 - 1991 kadar bilangan asam maksimum 5,0% dan bilangan ester maksimum 10,0%. Bilangan asam dan bilangan ester pada perlakuan fermentasi 2 hari suhu delignifikasi 55°C turun signifikan sebagaimana diperlihatkan pada Tabel. 1 didepan, sedangkan untuk bilangan ester pada

perlakuan fermentasi 2 hari 5,592% turun menjadi 3,754% pada fermentasi 8 hari.

Turunnya bilangan asam, disebabkan terjadinya netralisasi pada saat dilakukan proses delignifikasi, di mana pada proses delignifikasi memungkinkan terjadinya kontak antara asam dengan NaOH, disamping itu, adanya pengaruh suhu dan waktu delignifikasi, serta waktu fermentasi yang memungkinkan terjadinya kontak antara asam dengan NaOH lebih besar, sehingga jumlah asam berkurang di dalam molekul-molekul minyak. Menurut Mustofa (1973) reaksi penetralan tersebut terjadi antara asam dengan basa menjadi garam dan air.

Hasil analisis keragaman menunjukkan, perlakuan prapenyulingan berpengaruh sangat nyata terhadap bilangan asam, dimana semakin tinggi bilangan asam maka mutu minyak akan semakin rendah dan minyaknya akan mengalami ketengikan.

Pengaruh waktu fermentasi terhadap mutu produk dari daun nilam yang didelignifikasi pada suhu 80°C.

Perlakuan prapenyulingan suhu didelignifikasi 80°C dengan perlakuan waktu fermentasi ternyata dapat berpengaruh nyata terhadap rendemen, berat jenis, bilangan asam dan bilangan ester seperti terlihat pada Tabel. 2.

Rendemen dan berat jenis

Selulosa pada fase adaptasi belum dapat terdegradasi secara sempurna oleh kapang, sehingga pada penyulingan penyebaran uap panas sangat lambat untuk mencapai *slowest heating zone*, yang menyebabkan kecepatan uap panas untuk mengekstraksi minyak belum mencapai titik optimum. Indikatornya terlihat pada perlakuan fermentasi 2 hari (Tabel. 2) sangat rendah (1,486% w/w).

Tabel. 2. Rendemen, berat jenis, bilangan asam dan bilangan ester pada berbagai waktu fermentasi daun nilam yang telah didelignifikasi pada suhu 80°C.

Waktu Fermentasi (hari)	Rendemen (%)	Berat Jenis	Bilangan asam (%)	Bilangan ester (%)
2	1,486	0,959	0,589	7,543
4	1,904	0,973	0,630	3,602
6	1,601	0,956	0,516	5,612
8	1,629	0,965	0,543	6,103

Selulosa pada fase adaptasi belum dapat terdegradasi secara sempurna oleh kapang, sehingga pada penyulingan penyebaran uap panas sangat lambat untuk mencapai *slowest heating zone*, yang menyebabkan kecepatan uap panas untuk mengekstraksi minyak nilam belum mencapai titik optimum. Sebagai indikator terlihat dari rendemen minyak pada perlakuan fermentasi 2 hari (Tabel. 2) sangat rendah (1,486% (w/w)). Rendemen yang masih rendah pada perlakuan fermentasi 2 hari dipengaruhi oleh selulosa yang belum terhidrolisis secara sempurna dan asosiasi dengan molekul lignin dan hemiselulosa masih cukup kuat. Perlakuan fermentasi 6 dan 8 hari (Tabel. 2) kinerja kapang untuk melakukan perombakan selulolitik telah mencapai titik optimum, sehingga molekul-molekul minyak yang terikat dalam *vacuola* dapat keluar dengan bebas. Perlakuan fermentasi 8 hari rendemen yang dihasilkan 1,629% (w/w) (Tabel. 2) lebih rendah jika dibandingkan dengan perlakuan fermentasi 8 hari 1,954 % w/w (Tabel. 1). Hasil pengukuran berat jenis bervariasi antara 0,956 g/cm³ sampai dengan 0,973 g/cm³, sedangkan pengukuran rendemen bervariasi antara 1,601% (w/w) sampai dengan 1,904% (w/w) (Tabel.2).

Bilangan asam dan bilangan ester

Bilangan asam dan bilangan ester pada perlakuan waktu fermentasi suhu delignifikasi 80°C bervariasi antara 0,516% – 1,630%, sedangkan hasil analisis bilangan ester 3,602% – 7,543%. Bilangan asam tertinggi (1,630%) diperoleh pada perlakuan fermentasi 4 hari, sedangkan bilangan asam terendah (0,516%) diperoleh dari perlakuan fermentasi 6 hari. Pengaruh suhu delignifikasi 80°C menyebabkan terjadinya penurunan bilangan asam dan bilangan ester (Tabel. 2). Perlakuan fermentasi 4 hari nilai bilangan asam lebih tinggi jika dibandingkan dengan perlakuan fermentasi 4 hari, demikian juga untuk perlakuan fermentasi 8 hari nilai bilangan asam lebih tinggi dari perlakuan fermentasi 6 hari, sedangkan bilangan ester perlakuan fermentasi 6 hari lebih rendah dari perlakuan fermentasi 4 hari, dan bilangan ester pada perlakuan fermentasi 8 hari lebih tinggi dari perlakuan fermentasi 6 hari. Perbedaan tersebut disebabkan, pada suhu delignifikasi 80°C terjadi reaksi dengan NaOH yang berlangsung lebih cepat, tetapi proses penyabunan ester juga tidak dapat dihindari.

Pengaruh interaksi suhu delignifikasi dengan waktu fermentasi.

Perlakuan waktu fermentasi selama 6 hari suhu delignifikasi 55°C dan waktu fermentasi 4 hari suhu delignifikasi 80°C merupakan fase stasioner (Tabel 1 dan Tabel. 2). Suhu delignifikasi tinggi 80°C secara fisik dapat mendegradasi selulosa secara sempurna, sehingga pada perlakuan waktu fermentasi 4 hari suhu delignifikasi 80°C semua molekul minyak yang terikat

pada *vacuola* terbebaskan dari dalam kelenjar minyak, pembuluh-pembuluh, kantung-kantung minyak atau rambut glandular akan lebih muda dapat tersuliskan, sedangkan pada suhu delignifikasi 55°C waktu fermentasi 4 hari masih merupakan fase adaptasi kapang *Trichoderma viride* pada daun nilam. Waktu fermentasi 8 hari baik suhu delignifikasi 55°C maupun suhu delignifikasi 80°C merupakan fase kematian kapang *Trichoderma viride* dan merupakan penurunan rendemen minyak hasil sulingan (Tabel. 1 dan Tabel. 2).

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Perlakuan prapenyulingan minyak nilam dengan cara delignifikasi daun dengan NaOH 0,25% pada suhu 55°C selama 30 menit, selanjutnya ditiriskan pada kawat kasa dan dilanjutkan dengan fermentasi selama 6 hari dengan bantuan kapang *Trichoderma viride* mempunyai keunggulan dibandingkan dengan penyulingan yang dilakukan oleh petani tradisional. Hasil penyulingan untuk perlakuan yang terbaik yaitu pada daun nilam yang sudah dilakukan perlakuan pendahuluan dengan cara delignifikasi suhu 55°C dan difermentasi selama 6 hari menghasilkan rendemen tertinggi 2,343%, density, bilangan ester dan bilangan asam dari hasil analisis memenuhi Standar menurut SNI.

Delignifikasi dan fermentasi dengan kapang selain dapat mempengaruhi rendemen berat jenis dan bilangan asam juga dapat meningkatkan kadar patchoulol yang optimal serta pembentukan ester-ester rendah yang beraroma.

Saran

Hasil penelitian skala laboratorium ini dapat dilakukan ke skala lebih besar (Industri) dengan pertimbangan memperhitungkan ratio bahan baku, suhu dan waktu delignifikasi, pemakaian kapang *Trichoderma viride*, waktu fermentasi dimensi alat penyulingan dan ketersediaan bahan baku untuk menjaga mutu dan kontinuitas produksi. Oleh karena itu penelitian mengenai *scale up* sangat perlu dilakukan.

Perlu dilakukan penelitian lanjutan perlakuan pendahuluan terutama pada ratio pemakaian kapang *Trichoderma viride* dalam fermentasi untuk mendapatkan rendemen dan mutu minyak nilam yang lebih baik, sehingga minyak nilam yang dihasilkan mempunyai daya saing tinggi di pasaran nasional maupun pasar internasional dengan spesifikasi yang khas.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous, 1993.** Mengebunkan Minyak Nilam Untuk Mencukupi Kebutuhan Ekspor. Pusat Informasi Pertanian. Kliping Sinar Tani, Dokumen Trubus, Jakarta.
- Brown, D.E. 1983.** Lignocellulose Hydrolysis, *Phil. Trans. R. Soc. Land. B*; 305 - 322
- Dewan Standardisasi Nasional - DSN. 1991.** SNI 06 - 2385 - 1991. Minyak Nilam, Jakarta.
- Guenther, E. 1974.** Essential Oils Volume III. Robert E. Krieger Publishing Company Huntington, New York.
- Guenther, E. 1987.** Minyak Atsiri. Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta.
- Hadiman, 1976.** Perbaikan Mutu Minyak Nilam Yang Dihasilkan di Jawa Barat Untuk Ekspor. Balai Penelitian Kimia, Bogor.
- Hernani dan Risfaheri. 1989.** Pengaruh Perlakuan Bahan Sebelum Penyulingan Terhadap Rendemen dan Karakteristik Minyak Nilam. Balai Penelitian Tanaman dan rempah Obat, Bogor.
- Holman, J.P. 1986.** Heat Transfer. Six Edition. McGraw-Hill, Ltd, New York, USA.
- Judoamidjojo, M., A.A. Darwis., E, Sa'id. 1991.** Teknologi Fermentasi. Rajawali Pers., Jakarta: 333.
- Ketaren, S. 1986.** Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan. UI Press, Jakarta.
- Marsden. W.L. and P, Gray. 1986.** Enzymatic Hydrolysis of Cellulose in Lignocellulose Material. *CRC. Critical Reviews in Biotechnology*: 235 - 264.
- Achmad Mustofa. 1973.** Perbaikan Mutu Minyak Nilam. Balai Penelitian Kimia Bogor.
- Purseglove, J. W. 1981.** Tropical Crop Dicotyledons. Vol 1 dan 2 Combined. The English Language Book Society and Longmas. Printed in Singapore by The Print House (Pte), Ltd. 719 p.
- Rahayu, K. dan E.S. Rahayu. 1983.** Penggunaan Enzim selulase dari *Trichoderma viride* untuk Pemisah Pati Ketela Pohon. *Dalam: S. Josodiwondo, R. Uci dan U.C. Warsa (Ed) Kumpulan Makalah Kongres Nasional Mikrobiologi III.* 26-28 Nov. Jakarta: 407-474.
- Rosales, A.M., T.W. Mew. 1985.** Decomposition of Rice Straw by Four Species of *Trichoderma* In Natural Soil. IRRI, Manila, Philipines.
- Sa'id, 1987.** Bioindustri. Penerbit PT. Mediyatama Sarana Perkasa, Jakarta.
- Sastrosupandi, A. 2000.** Rancangan Percobaan Praktis Bidang Pertanian. Penerbit Kansius, Yogyakarta.
- Toledo, R.T. 1979. Dasar Dasar Teknik Pengolahan Pangan. *Alih Bahasa Purnomo, R.H.* 1997. Fakultas Pertanian Universitas Sriwijaya, Palembang.