



## Pemodelan kondisi hidrodistilasi minyak atsiri jahe merah (*Zingiber officinale* var. *Roscoe*) dengan menggunakan *Response Surface Methodology*

Annissa Ramadhanti\*, Sarifah Nurjanah, Asri Widyasanti, Nurul Ainina

Teknik Pertanian, Universitas Padjadjaran, Sumedang, Indonesia

### Article history

*Diterima:*

4 Februari 2023

*Diperbaiki:*

22 Mei 2023

*Disetujui:*

30 Mei 2023

### Keyword

*Essential Oil;*

*Hydrodistillation;*

*Red Ginger;*

*Optimization.*

### ABSTRACT

*Red ginger contains volatile components that are essential oils. Essential oils can be obtained through the distillation method. Hydrodistillation is a method of distillation that involves providing direct contact between the materials and water at a high temperature, which is influenced by several factors, including time and the solvent feed ratio (SF ratio). This study aimed to determine the best conditions for high yields and essential oil quality using SNI No. 06-1312-1998 as a reference. The research method used was experimental research, and optimization was carried out using Response Surface Methodology (RSM) with CCD design. The treatments for distillation were time (2 hours, 4 hours, and 6 hours) and solvent feed (SF) ratio (8:1, 10:1, and 12:1). The parameters observed were yield, residual solvent content, specific gravity, refractive index, and acid number. The results showed that the time and SF ratio variables had no significant effect on the yield but had a significant effect on the residual solvent content. The optimization process resulted in a time of 6 hours and a solvent volume of 720 ml (ratio 1:12), yielding 0.14 with a residual solvent content of 3,557%. The characteristics of the essential oils produced were 0.8794 for the specific gravity, 1.473 for the refractive index, and 2.13 for the acid number. Red ginger essential oil met the requirements of SNI ginger oil on the parameters of specific gravity and refractive index.*



*This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License.*

\* Penulis korespondensi

Email : annissa18001@mail.unpad.ac.id

DOI 10.21107/agrointek.v18i2.18904

## PENDAHULUAN

Jahe merupakan tanaman rempah yang dapat tumbuh di seluruh wilayah Indonesia. Berdasarkan data Badan Pusat Statistik pada tahun 2020, Indonesia memproduksi jahe sebanyak 183,5 ribu ton dan merupakan penghasil jahe tertinggi kelima di dunia. Terdapat tiga jenis jahe yang dikenal di Indonesia yaitu jahe emprit, jahe gajah, dan jahe merah. Jahe merah merupakan jahe yang banyak digunakan sebagai obat atau rempah karena aroma dan rasanya yang lebih pedas.

Jahe merah memiliki kandungan senyawa volatil dan non-volatil, yakni minyak atsiri dan oleoresin. Minyak atsiri yang kaya akan senyawa volatil adalah senyawa yang memberikan aroma khas jahe sehingga mudah tercium oleh hidung manusia. Menurut (Handrianto 2016), minyak atsiri dalam jahe memiliki kandungan antioksidan, anti-inflamasi, antikarsinogenik, dan antitumor. Rimpang jahe mengandung minyak atsiri sebanyak 1-3%. Khususnya untuk jahe merah memiliki kandungan minyak atsiri paling tinggi dibandingkan jenis jahe lainnya yaitu sebesar 2,58-3,90% (Hapsah *et al.* 2010)

Minyak atsiri didapatkan dengan cara ekstraksi dan sebagian besar minyak atsiri diekstrak dengan metode penyulingan atau distilasi (Victor *et al.* 2018). Proses penyulingan pada penelitian dilakukan dengan metode hidrodistilasi. Hidrodistilasi adalah proses penyulingan untuk memisahkan dua kandungan dari suatu bahan cair dengan menggunakan air yang dipanaskan. Metode hidrodistilasi memerlukan peralatan yang sederhana, praktis dan mudah dilakukan, memerlukan biaya murah, dan aman serta ramah lingkungan (Milojević *et al.* 2013). Hidrodistilasi menggunakan air sebagai pelarut. Kehilangan komponen volatil akibat pemakaian pelarut volatil dapat dikurangi dengan penggunaan air sebagai pelarut (Preedy 2016).

Hidrodistilasi dipengaruhi oleh beberapa faktor kondisi operasi seperti waktu penyulingan, rasio antara pelarut dan bahan, ukuran partikel (Djafar *et al.* 2010) Penelitian Tritanti and Pranita (2018) menunjukkan rendemen minyak atsiri yang didistilasi selama 8-10 jam adalah sebesar 2,20%. Sementara (Djafar *et al.* 2010) telah menemukan bahwa rendemen minyak atsiri jahe merah paling besar didapatkan dari hasil penyulingan selama 5 jam dengan SF (*solvent-feed*) rasio 12:1 yaitu 2,97%. Penelitian lain yang menguji pengaruh SF

*ratio* terhadap rendemen minyak atsiri jahe merah adalah penelitian (Azizah *et al.* 2019) yang mendapatkan rendemen tertinggi yaitu 3,7% dari SF *ratio* 10:1,7. Oleh karena itu dilakukan penelitian mengenai pengaruh waktu distilasi dan rasio pelarut-bahan menggunakan metode hidrodistilasi terhadap rendemen dan kualitas minyak atsiri jahe merah. Faktor waktu distilasi dan rasio pelarut-bahan dapat dioptimalkan untuk mendapatkan rendemen yang tinggi sehingga kondisi kedua faktor dapat dijelaskan dalam suatu bentuk persamaan matematika. *Response Surface Methodology* (RSM) digunakan sebagai aplikasi pembantu dalam perancangan penelitian dan pengolahan data untuk mendapatkan model persamaan yang cocok untuk respon. Penggunaan RSM dalam penelitian mempunyai berbagai kelebihan diantaranya untuk mengurangi banyak percobaan yang dilakukan dan menghemat biaya. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan persamaan model matematika kondisi proses yang optimum berupa lama waktu penyulingan dan rasio pelarut-bahan pada hidrodistilasi minyak atsiri jahe merah terhadap nilai rendemen total serta menganalisis kualitas minyak atsiri jahe merah sehingga sesuai SNI Minyak Jahe No. 06-1312-1998.

## METODE

### Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi labu alas bulat 1000 ml (Duran), *cleverger* 250 ml (Ruchi), kondensor, *beaker glass*, gelas ukur, botol vial, batang pengaduk, mantel pemanas (Boeco 1000 ml 300 W 220 V), cawan, timbangan digital (Boecor r-300 ketelitian 0,01 g), timbangan analitik (Adventure pro AV264 ketelitian  $\pm 0,0001$  g), kain monyl, *rotary vacuum evaporator* (Heidolph p/n 562-01300-00), piknometer 1 ml (pyrex), termometer, refraktometer ABBE (Atago NAR-IT Liquid), buret, dan pipet tetes.

Bahan utama yang digunakan adalah jahe merah (*Zingiber officinale var. Roscoe*) bubuk yang diperoleh dari Simalungun, Medan, Sumatera Utara dan *aquades*. Jahe merah yang digunakan berasal dari bagian kulit sisa produksi. Bahan pendukung analisis diantaranya etanol 96%, larutan kalium hidroksida (KOH) 0,1 N (QuadrantLab) dan indikator PP (Rofa Laboratorium Centre). Dilakukan pengukuran partikel dan kadar air sebagai langkah persiapan

dan dipatkan hasil ukuran partikel sebesar 24 mesh kadar air sebesar 10,30%.

### Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan pada penelitian ini adalah *Response Surface Methodology* (RSM) dengan desain *Central Composite Design* (CCD). Pengolahan data dilakukan dengan bantuan *software* Desain Expert *version* 13. Faktor yang digunakan adalah waktu penyulingan (A) dan rasio pelarut-bahan (*SF ratio*) (B). Taraf yang diujikan untuk faktor waktu penyulingan adalah 2 jam, 4 jam, dan 6 jam. Sementara taraf yang diujikan untuk faktor rasio pelarut-bahan (v/v) adalah 8:1, 10:1 dan 12:1. Rancangan penelitian dapat dilihat pada Tabel 1. Pengujian kualitas minyak atsiri dilakukan pada tiga sampel yaitu pada kombinasi batas atas, batas tengah, dan batas bawah. Pengujian kualitas berdasarkan SNI Minyak Jahe No. 06-1312-1998 berupa uji berat jenis, uji indeks bias, serta uji bilangan asam.

Tabel 1 Interval Nilai Variabel Bebas Desain CCD

Faktor	Level				
	$-\alpha$	-1	0	+1	$+\alpha$
A	1,17	2	4	6	6,83
B	7,17:1	8:1	10:1	12:1	12,83:1

Tabel 2 Rancangan Penelitian menggunakan Design Expert

Run	Faktor A : Waktu (jam)	Faktor B : Rasio
1	4	10:1
2	4	7,17:1
3	1.17157	10:1
4	4	10:1
5	2	12:1
6	4	10:1
7	6	12:1
8	6	8:1
9	4	12,83:1
10	2	8:1
11	4	10:1
12	6.82843	10:1
13	4	10:1

Berdasarkan metode RSM tipe CCD, didapatkan rancangan percobaan dengan 13 *run* perlakuan seperti yang terdapat pada Tabel 2. Rancangan percobaan terdiri dari 7 kali ulangan

titik tengah, 2 kali ulangan batas minimum, 2 kali ulangan batas maksimum, dan 2 kali perlakuan di atas batas minimum dan maksimum.

### Hidrodistilasi

Hidrodistilasi dilakukan dengan menggunakan bahan baku jahe merah dalam bentuk bubuk dengan ukuran 24 mesh. Metode mengacu pada penelitian (Djafar *et al.* 2010) Jahe merah bubuk ditimbang menggunakan timbangan digital sebanyak 60 g. Aquades dan jahe merah bubuk disatukan dalam labu alas bulat sesuai dengan rancangan perlakuan yaitu dengan rasio 8:1, 10:1 dan 12:1. Proses distilasi dengan memanaskan labu alas bulat yang berisi bahan dan air sesuai dengan rancangan perlakuan yaitu selama 2 jam, 4 jam, dan 6 jam hingga diperoleh distilat. Suhu yang digunakan selama proses sebesar 80°C. Bahan akan berhubungan langsung dengan pelarut dengan cara diaduk sehingga bahan dan pelarut tercampur sempurna dan tidak mengambang di atas pelarut. Distilat yang dihasilkan ditampung dengan gelas beaker lalu hidrosol dipisahkan dari minyak atsiri yang dihasilkan. Penyaringan dilakukan menggunakan kain monyl dan minyak atsiri hasil filtrasi yang telah diperoleh ditampung dalam botol vial.



Gambar 1 Alat Hidrodistilasi

### Analisis Rendemen

Rendemen total merupakan perbandingan hasil minyak atsiri dengan bahan baku yang diolah dalam hal ini diekstraksi, dan dinyatakan dalam

persen. Rendemen minyak atsiri yang tinggi menunjukkan banyaknya kadar minyak pada bahan baku. Perhitungan rendemen total minyak atsiri jahe merah didapatkan melalui persamaan (1).

$$\text{Rendemen Total (\%)} = \frac{\text{massa minyak atsiri (g)}}{\text{massa bahan baku (g)}} \times 100\% \quad (1)$$

### Analisis Kadar Sisa Pelarut

Pengukuran kadar sisa pelarut dalam minyak atsiri dapat memperkirakan kejernihan dari minyak atsiri. Tahap ini dilakukan dengan menghitung berat pelarut yang diuapkan dari setiap satuan berat bahan yang diuapkan. Pengukuran kadar sisa pelarut dilakukan dengan alat *rotary evaporator*. Suhu evaporasi yang digunakan adalah 50°C selama 1 jam. Massa minyak atsiri setelah dievaporasi ditimbang dan dihitung besar kadar sisa pelarutnya dengan persamaan (2).

$$\text{Kadar Sisa Pelarut (\%)} = \frac{b - c}{b - a} \times 100\% \quad (2)$$

keterangan:

a = massa labu evaporator kosong (gram)

b = massa awal labu evaporator dan ekstrak jahe merah (gram)

c = massa labu evaporator setelah evaporasi selama 1 jam (gram)

### Uji Bobot Jenis (SNI Minyak Jahe No. 06-1312-1998)

Bobot jenis merupakan perbandingan antara kerapatan minyak terhadap kerapatan air pada suhu yang sama. Alat yang digunakan dalam pengujian bobot jenis adalah piknometer. Pengukuran bobot minyak atsiri dan bobot aquades menggunakan timbangan analitik. Perhitungan bobot jenis minyak atsiri tiap perlakuan dengan persamaan (3).

$$\text{Bobot jenis} = \frac{\text{bobot minyak atsiri (g)}}{\text{bobot aquades (g)}} \quad (3)$$

### Uji Indeks Bias (SNI Minyak Jahe No. 06-1312-1998)

Indeks bias merupakan perbandingan antara kecepatan kelajuan cahaya di dalam udara dengan kelajuan cahaya di dalam suatu zat pada suhu tertentu. Alat yang digunakan pada pengujian indeks bias yaitu refraktometer. Minyak atsiri dengan kualitas yang baik akan memiliki indeks bias yang besar karena kandungan air di dalamnya sedikit. Suhu ruangan merupakan aspek penting

dalam pengukuran indeks bias. Suhu referensi dari prosedur SNI adalah 25°C. Pembacaan hasil pengukuran dilakukan dengan persamaan (4).

$$R = R' - 0,003 (T' - 20) \quad (4)$$

keterangan:

R = Indeks bias pada suhu 20°C

R' = Indeks bias pada suhu T'

T' = Suhu pada pengukuran

### Uji Bilangan Asam (SNI Minyak Jahe No. 06-1312-1998)

Bilangan asam menunjukkan jumlah atau kadar asam lemak bebas pada minyak atsiri. Bilangan asam ditentukan dengan cara titrasi menggunakan KOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak. Minyak atsiri dengan bilangan asam yang tinggi menunjukkan kualitas yang rendah.

Minyak atsiri ditimbang sebanyak 1 g dan dilarutkan dalam 5 ml etanol. Setelah itu ditambahkan 3-5 tetes indikator pp. Titrasi dilakukan dengan larutan KOH 0,1 N hingga cairan berubah warna menjadi merah muda. Bilangan asam dihitung dengan persamaan (5).

$$\text{Bilangan asam} = \frac{56,1 \times V \times N}{m} \quad (5)$$

keterangan:

m = massa minyak atsiri yang diuji (gram)

V = volume larutan KOH (ml)

N = kenormalan larutan KOH

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisis Respon Rendemen

Nilai rendemen total didapatkan dengan membandingkan massa akhir minyak atsiri setelah difiltrasi dengan massa awal bahan baku yakni jahe merah bubuk. Hasil dari perhitungan rendemen total ini yang akan dimasukkan menjadi variabel respon pada optimasi dengan *software Design Expert version 13*. Nilai rendemen total proses hidrodilatasi minyak atsiri jahe merah dapat dilihat pada Tabel 3.

Nilai rendemen total yang dihasilkan dari 13 *running* berkisar antara 0,06% - 0,23%. *Run* ke-9 dengan perlakuan waktu selama 4 jam dan volume pelarut 770 ml adalah perlakuan dengan rendemen total tertinggi yaitu 0,23%. Hal ini tidak hanya dipengaruhi oleh faktor waktu dan volume pelarut,

tetapi juga kadar sisa pelarut. Sampel pada *run* ke-9 memiliki kadar sisa pelarut sebesar 3,509%. Kadar sisa pelarut pada minyak atsiri memengaruhi kemurnian minyak atsiri.

Waktu proses penyulingan yang cukup lama yaitu 4 jam dan volume pelarut sebesar 770 ml juga memengaruhi tingginya nilai rendemen total. Hal ini didukung pernyataan (Effendi and Widjanarko 2014) yang menyatakan bahwa rendemen akan meningkat seiring dengan lamanya waktu distilasi dan semakin banyak pelarut yang digunakan hingga pada titik tertentu rendemen yang dihasilkan mengalami penurunan.

### Analisis Kadar Sisa Pelarut

Pengujian kadar sisa pelarut juga dapat dilakukan untuk mengetahui kemurnian minyak atsiri. Alat yang digunakan pada pengujian kadar sisa pelarut adalah *rotary vacuum evaporator* yang akan menguapkan sisa pelarut pada minyak atsiri yang telah difiltrasi yaitu aquades. Kadar sisa pelarut dihitung dengan membandingkan massa akhir minyak atsiri dengan massa awal sebelum diuji.

Berdasarkan Tabel 3, kadar sisa pelarut minyak atsiri jahe merah berkisar antara 2,362% hingga 9,690%. Kadar sisa pelarut yang diinginkan pada penelitian ada kadar sisa pelarut yang rendah karena menunjukkan bahwa minyak atsiri yang dihasilkan lebih murni dengan adanya sisa pelarut yang sedikit.

Perlakuan dengan kadar sisa pelarut paling rendah adalah *run* ke-5 dengan perlakuan waktu penyulingan selama 2 jam dan volume pelarut 720 ml yaitu sebesar 2,362%. Sementara itu kadar sisa pelarut paling tinggi terdapat pada *run* ke-10 dengan waktu penyulingan selama 2 jam dengan volume pelarut 600 ml. Hasil perhitungan kadar sisa pelarut menunjukkan bahwa waktu penyulingan tidak memengaruhi nilai kadar sisa pelarut. Kadar sisa pelarut juga memengaruhi nilai rendemen total. Rendemen yang tinggi dengan kadar sisa pelarut tinggi menunjukkan bahwa tingginya rendemen dikarenakan masih banyak sisa pelarut dalam minyak yang tertinggal (Kristian *et al.* 2016).

Tabel 3 Nilai Rendemen dan Kadar Sisa Pelarut

Run ke-	Faktor A	Faktor B	Rendemen Total (%)	Kadar Sisa Pelarut (%)
1	4	600	0,19	3,543
2	4	430	0,12	3,636
3	1,17157	600	0,09	2,734
4	4	600	0,14	3,509
5	2	720	0,08	2,362
6	4	600	0,08	3,636
7	6	720	0,14	3,557
8	6	480	0,15	3,600
9	4	770	0,23	3,509
10	2	600	0,10	9,690
11	4	600	0,14	3,557
12	6,82843	600	0,15	2,655
13	4	600	0,06	2,756

Keterangan: A = Waktu Penyulingan (jam), B = Volume Pelarut (ml)

Tabel 4 Analisis ANOVA Respon Rendemen

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value	Keterangan
Model	0.0067	2	0.0034	1.64	0.2414	<i>not significant</i>
A-Waktu	0.0047	1	0.0047	2.32	0.1586	
B-Volume Pelarut	0.0020	1	0.0020	0.9663	0.3488	
Residual	0.0204	10	0.0020			
Lack of Fit	0.0096	6	0.0016	0.5862	0.7340	<i>not significant</i>
Pure Error	0.0109	4	0.0027			
Cor Total	0.0272	12				

## Optimasi Perlakuan Terhadap Respon Menggunakan RSM

### Respon Rendemen

Hasil analisis menunjukkan persamaan yang disarankan adalah persamaan linear dengan *p-value* sebesar 0,2414. Persamaan linear disarankan karena memiliki nilai *p-value* lebih kecil dibandingkan persamaan lainnya. Nilai *p-value* tersebut dapat menunjukkan bahwa peluang kesalahan penggunaan model persamaan linear pada penelitian akan lebih kecil dibandingkan dengan penggunaan model lainnya. Namun, hasil tersebut mengartikan bahwa variabel perlakuan yang dilakukan tidak menunjukkan pengaruh yang signifikan terhadap respon yaitu nilai rendemen karena *p-value* melebihi taraf kepercayaan 0,05. Tabel 4 menunjukkan *analysis of variance* (ANOVA) terhadap respon rendemen.

*Lack of fit* dapat menggambarkan nilai penyimpangan atau ketidaktepatan yang dapat terjadi pada model. Nilai *lack of fit* yang lebih besar dari 0,05 menunjukkan nilai yang tidak signifikan. Hasil tersebut yang diharapkan dari penelitian karena mengartikan bahwa model memiliki nilai penyimpangan yang kecil dan model cocok digunakan pada penelitian. Nilai *lack of fit* yang didapatkan adalah sebesar 0,7340 (>0,05) yang mengindikasikan bahwa model dapat mendeskripsikan data respon rendemen sehingga dapat disimpulkan bahwa model yang disarankan yaitu linear cocok untuk memprediksi kondisi proses hidrodistilasi untuk mendapat nilai rendemen optimum.

Tabel 3 Fit Statistics Respon Rendemen

$R^2$	0,2474
<i>Adjusted R<sup>2</sup></i>	0,0969
<i>Predicted R<sup>2</sup></i>	-0,2399
<i>Adeq Precision</i>	3,6882

Berdasarkan Tabel 5 dapat diketahui bahwa nilai  $R^2$  yang didapatkan dari penelitian adalah sebesar 0,2474. Nilai tersebut dapat dikatakan sangat rendah karena nilai  $R^2$  yang diinginkan adalah nilai  $R^2$  yang mendekati angka 1. Model yang memiliki nilai  $R^2$  yang mendekati angka 1

adalah model yang baik karena menunjukkan simpangan atau galat pada data penelitian tidak terlampaui besar (Fauzi *et al.* 2022).

Parameter lain yang dapat mengindikasikan baiknya suatu model adalah nilai selisih antara *Adjusted R<sup>2</sup>* dan *Predicted R<sup>2</sup>*. Nilai selisih antara kedua nilai tersebut harus berada di bawah angka 0,2. Pada respon rendemen, *Adjusted R<sup>2</sup>* dan *Predicted R<sup>2</sup>* memiliki nilai selisih lebih dari 0,2. Selisih lebih dari 0,2 biasanya menunjukkan banyaknya faktor yang tidak signifikan pada model. Selain itu, nilai *Adeq Precision* pada penelitian sebesar 3,6882 dan bernilai kurang dari 4. *Adeq precision* digunakan untuk membandingkan kisaran nilai yang diprediksi pada titik desain dengan prediksi kesalahan rata-rata (Noordin *et al.*, 2004). Hasil diatas dapat menyimpulkan bahwa model akan kurang baik apabila digunakan pada penelitian selanjutnya karena kemungkinan terjadinya penyimpangan cukup besar. Namun diantara tiga model lainnya (2FI, kuadratik, dan Kubik), persamaan linear adalah yang paling memungkinkan untuk digunakan.

Persamaan linear yang dapat digunakan untuk memprediksi rendemen minyak atsiri jahe merah dengan metode hidrodistilasi dinyatakan dalam persamaan (6).

$$Y = 0,1285 + 0,0244A + 0,0157B \quad (6)$$

keterangan:

Y= Rendemen (%)

A = Waktu (Jam)

B = Volume Pelarut (ml)

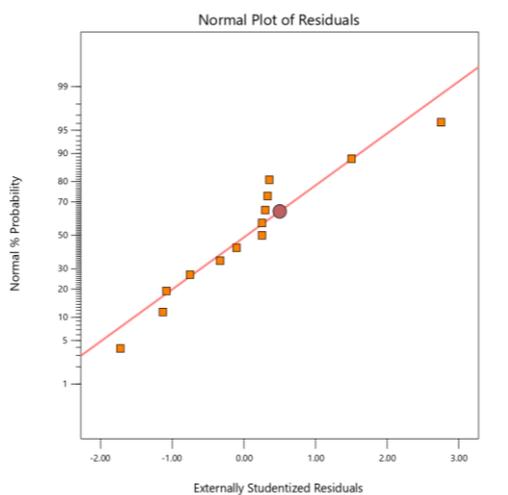
Plot kenormalan residual berfungsi untuk mengetahui kenormalan data dengan menjelaskan hubungan antara nilai yang diprediksi oleh model dengan nilai data aktual dari penelitian. Titik-titik yang berada pada dekat garis menunjukkan data respon rendemen menyebar normal. Dari Gambar 1 terlihat bahwa sebagian besar titik berada pada garis kenormalan, namun beberapa melenceng di luar garis. Titik yang berada di luar garis disebut *outlier* yang diduga salah satu penyebab nilai selisih *Adjusted R<sup>2</sup>* dan *Predicted R<sup>2</sup>* lebih dari 0,2 (Fauzi *et al.* 2022).

Tabel 6 Analisis ANOVA Respon Kadar Sisa Pelarut

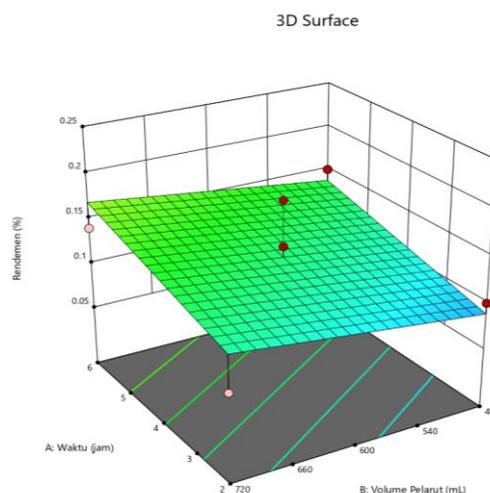
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value	Keterangan
Model	23.52	3	7.84	4.10	0.0432	significant
A-Waktu	3.13	1	3.13	1.64	0.2323	
B-Volume Pelarut	7.11	1	7.11	3.72	0.0857	
Residual	13.27	1	13.27	6.94	0.0271	
Lack of Fit	17.20	9	1.91			
Pure Error	16.67	5	3.33	25.28	0.0040	significant
Cor Total	0.5274	4	0.1319			

Gambar 2 merupakan grafik tiga dimensi respon rendemen. Warna menjadi representasi dari nilai respon rendemen. Warna hijau menandakan respon rendemen dengan nilai tinggi dan warna biru menandakan respon bernilai rendah. Grafik 3D berbentuk garis miring karena persamaan yang digunakan adalah persamaan linear. Berdasarkan grafik tiga dimensi ini dapat diketahui bahwa nilai rendemen tertinggi terdapat pada waktu penyulingan paling lama (6 jam) dan volume pelarut paling tinggi (720 ml) yang ditandai dengan daerah berwarna hijau.

model, karena *lack of fit* mengindikasikan ketidaktepatan pada model. Sehingga apabila *lack of fit* signifikan, maka terdapat penyimpangan pada model.



Gambar 2 Plot Kenormalan Residual Respon Rendemen



Gambar 3 Grafik 3D Pengaruh Waktu dan Volume Pelarut terhadap Respon Rendemen

**Respon Kadar Sisa Pelarut**

Tabel 6 menunjukkan analisis ANOVA untuk respon kadar sisa pelarut. Hasil analisis model yang disarankan oleh RSM untuk respon kadar sisa pelarut adalah model 2FI (2 factor interaction) dengan *p-value* sebesar 0,0271 sehingga memenuhi *p-value*<0,05. Model 2FI menunjukkan bahwa kedua faktor saling berpengaruh terhadap kadar sisa pelarut. Nilai *lack of fit* sebesar 0,04 yang menandakan *lack of fit* signifikan. Hasil tersebut tidak diinginkan pada

Pada Tabel 7 yang menunjukkan fit statistics dari respon, nilai nilai  $R^2$  adalah sebesar 0,5776. Selisih antara *Adjusted R<sup>2</sup>* dan *Predicted R<sup>2</sup>* masih bernilai lebih dari 0,2. Penyebabnya dapat merupakan *outlier* yaitu melencengnya sebaran data prediksi dari garis kenormalan. Hal tersebut dapat diketahui dengan menelaah plot kenormalan residu pada Gambar 3. Nilai *Adeq Precision* adalah sebesar 7,2084. Nilai tersebut diharapkan pada model karena mengindikasikan diskriminasi model yang memadai (Noordin *et al.* 2004).

Tabel 4 *Fit Statistics* Respon Kadar Sisa Pelarut

$R^2$	0.5776
<i>Adjusted R<sup>2</sup></i>	0.4368
<i>Predicted R<sup>2</sup></i>	-0.6583
<i>Adeq Precision</i>	7.2084

Persamaan linear yang dapat digunakan untuk memprediksi kadar sisa pelarut minyak atsiri jahe merah dengan metode hidrodistilasi dinyatakan dalam persamaan (7).

$$Y = 3,75 - 0,6258A - 0,9422B + 1,82AB \quad (7)$$

Keterangan:

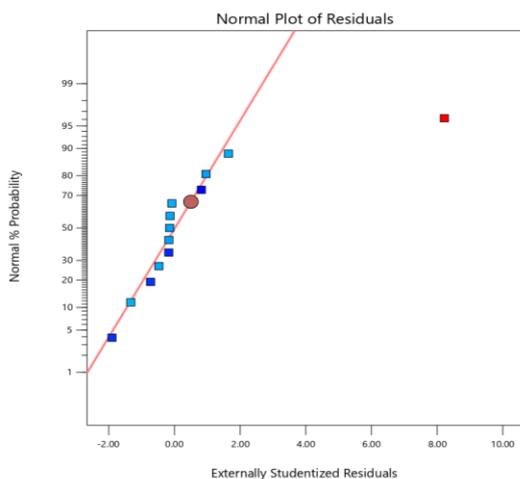
Y = Kadar Sisa Pelarut

A = Waktu (jam)

B = Volume Pelarut (ml)

Plot kenormalan residu menunjukkan bahwa seluruh titik secara umum berada pada garis kenormalan yang mengimplikasikan bahwa error terdistribusi secara normal. Hanya ada satu titik yang melenceng dari garis kenormalan yang merupakan *outlier* atau titik data yang berbeda secara signifikan dari pengamatan lain.

Plot 3D dari respon kadar sisa pelarut dapat dilihat pada Gambar 4. Pada penelitian, kondisi respon kadar sisa pelarut yang diinginkan adalah memiliki nilai yang rendah. Plot 3D memperlihatkan bahwa nilai kadar sisa pelarut yang rendah terdapat pada kondisi waktu singkat (2 jam) dengan volume pelarut tinggi (720 ml) dan pada kondisi waktu yang lama (6 jam) dengan volume pelarut rendah (480 ml) yang ditandai dengan warna biru. Sementara daerah berwarna hijau terdapat pada kondisi waktu singkat dengan volume pelarut rendah.



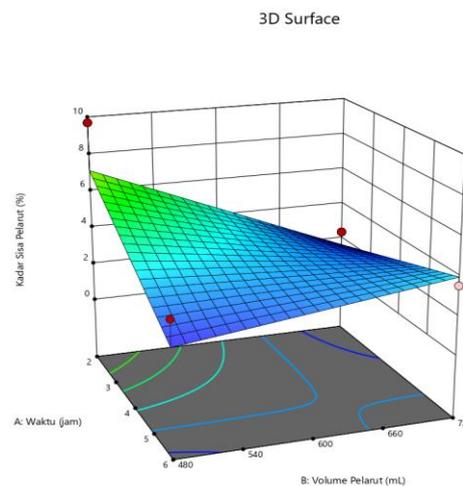
Gambar 4 Plot Residu versus Prediksi Respon Kadar Sisa Pelarut

### Hasil Optimasi Kondisi Hidrodistilasi

Pada optimasi, respon rendemen yang diinginkan adalah respon bernilai tinggi, sehingga target dari optimasi adalah memaksimalkan rendemen. Respon kadar sisa pelarut yang

diharapkan adalah yang bernilai rendah, sehingga optimasi dilakukan untuk meminimalkan nilai kadar sisa pelarut. Aplikasi RSM memberikan solusi sebanyak 8 kombinasi variabel waktu dan volume pelarut dengan masing-masing prediksi respon rendemen dan kadar sisa pelarutnya. Solusi terbaik ditandai dengan nilai *desirability* yang tinggi. Nilai *desirability* merupakan nilai fungsi pada optimasi yang menunjukkan kemampuan program untuk memenuhi kriteria yang telah ditetapkan untuk mendapatkan produk akhir.

Solusi yang terpilih adalah hidrodistilasi dengan kondisi waktu penyulingan selama 6 jam dan volume pelarut 720 ml. Aplikasi RSM memprediksi dengan perlakuan tersebut, respon rendemen yang dihasilkan bernilai 0,169% dan kadar sisa pelarut bernilai 4,003%. Nilai *desirability* adalah sebesar 0,619 yang berarti masih jauh dari nilai *desirability* 1, namun solusi dengan nilai tersebut yang dipilih karena memiliki nilai *desirability* paling tinggi. Nilai *desirability* yang baik akan mendekati angka 1 dan apabila *desirability* bernilai 1 maka produk yang dihasilkan sempurna atau dinamakan *the perfect case* (Ramadhani *et al.* 2017).



Gambar 5 Grafik 3D Respon Kadar Sisa Pelarut

Validasi dilakukan untuk mengetahui keakuratan prediksi yang dihasilkan RSM. Hasil validasi solusi optimum dapat dilihat pada Tabel 8. Nilai rendemen aktual sebesar 0,14% lebih rendah dari prediksi dari solusi optimum yaitu sebesar 0,165%. Nilai kadar sisa pelarut yang dihasilkan dari uji validasi sebesar 3,557% sehingga lebih rendah dari yang diprediksikan yaitu sebesar 4,003%. Respon kadar sisa pelarut aktual lebih baik karena lebih rendah dari nilai

prediksi, mengingat kriteria optimasi adalah meminimalkan nilai kadar sisa pelarut. Kedua respon aktual berada pada interval prediksi respon.

Perbandingan antara nilai aktual dengan nilai prediksi dapat diberikan dalam bentuk persen validasi. Nilai persen validasi untuk respon rendemen adalah sebesar 82,84% dan nilai persen validasi untuk respon kadar sisa pelarut adalah sebesar 88,86%. Perbedaan hasil aktual dengan hasil prediksi sapat disebabkan oleh beberapa hal yang mengindikasikan model kurang cocok digunakan, seperti *lack of fit* kurang dari 0,05 dan persebaran data yang menyebabkan selisih antara *Adjusted R<sup>2</sup>* dan *Predicted R<sup>2</sup>* bernilai lebih dari 0,2.

### Karakteristik Minyak Atsiri Jahe Merah

#### Bobot Jenis

Bobot jenis adalah perbandingan bobot zat di udara terhadap bobot air dengan volume dan suhu yang sama yaitu 25°C. Faktor yang memengaruhi bobot jenis suatu minyak adalah jenis dan jumlah komponen senyawa yang terkandung dalam minyak (Khasanah 2015). Pengujian bobot jenis ini dilakukan pada sampel minyak dengan perlakuan batas bawah (2 jam, rasio 8:1), batas

tengah (4 jam, 10:1), dan batas atas (6 jam, 12:1) yang hasilnya dapat dilihat pada Tabel 9.

Bobot jenis bertambah seiring dengan penambahan waktu penyulingan dan penambahan volume pelarut. Hal ini sesuai dengan pernyataan Kristian (2016) yaitu lama ekstraksi pada minyak atsiri memengaruhi nilai bobot jenis karena semakin lama proses ekstraksi maka komponen yang terekstraksi dari dalam bahan semakin banyak dan nilai bobot jenis semakin tinggi. Dari hasil tersebut diketahui bahwa bobot jenis pada seluruh perlakuan lebih rendah dari bobot jenis air yang bernilai 1,00. Besarnya bobot jenis suatu bahan menggambarkan besarnya fraksi berat yang terkandung dalam bahan tersebut (Widyasanti *et al.* 2021). Dapat diketahui bahwa komponen minyak atsiri jahe merah memiliki bobot lebih ringan dari air.

Bobot jenis minyak atsiri yang diuji pada penelitian ini juga memenuhi SNI Minyak Jahe No. 06-1312-1998 yang rentangnya berkisar antara 0,8720-0,8890. Hasil perhitungan bobot jenis ini juga sesuai dengan penelitian (Sakinah, 2018) yang menguji bobot jenis pada minyak atsiri dari jahe merah dengan hasil bobot jenis sebesar 0,887. Pada penelitian tersebut juga menunjukkan bertambahnya bobot jenis seiring dengan waktu penyulingan.

Tabel 8 Validasi Solusi Optimum dari RSM

Respon	Prediksi Terendah ( <i>PI low</i> )	Prediksi Optimum	Prediksi Tertinggi ( <i>PI High</i> )	Hasil Aktual	Stdev	Persen validasi
Rendemen (%)	0,052	0,169	0,285	0,14	0,045	82,84%
Kadar Sisa Pelarut (%)	0,076	4,003	7,929	3,557	1,382	88,86%

Tabel 9 Hasil Uji Bobot Jenis Minyak Atsiri Jahe Merah

Perlakuan	Faktor 1 : Waktu (Jam)	Faktor 2 : Volume Pelarut (ml)	Bobot Jenis
Batas Bawah	2	480	0,8738
Titik Tengah	4	600	0,8779
Batas Atas (Titik Optimum)	6	720	0,8794

Tabel 10 Hasil Uji Indeks Bias Minyak Atsiri Jahe Merah

Perlakuan	Faktor 1 : Waktu (Jam)	Faktor 2 : Volume Pelarut (ml)	Indeks Bias
Batas Bawah	2	480	1,4728
Titik Tengah	4	600	1,4721
Batas Atas (Titik Optimum)	6	720	1,4701

Tabel 11 Hasil Uji Bilangan Asam Minyak Atsiri Jahe Merah

Perlakuan	Faktor 1 : Waktu (Jam)	Faktor 2 : Volume Pelarut (ml)	Bilangan Asam (mg KOH/g)
Batas Bawah	2	480	2,13
Titik Tengah	4	600	2,72
Batas Atas (Titik Optimum)	6	720	2,74

### **Indeks Bias**

Indeks bias merupakan perbandingan antara kecepatan cahaya di udara dengan kecepatan cahaya di dalam suatu zat dalam suhu tertentu. Kandungan air dalam minyak dapat menurunkan nilai indeks bias karena sifat air yang mudah membiaskan cahaya. Harga indeks bias yang tinggi pada minyak atsiri menandakan minyak atsiri tersebut memiliki kualitas lebih baik dari minyak atsiri dengan indeks bias kecil (Pratiwi *et al.* 2016).

Tabel 10 menunjukkan hasil pengujian indeks bias minyak atsiri jahe merah. Dari ketiga sampel yang diuji, semua sampel termasuk dalam kriteria standar indeks bias dalam SNI Minyak Jahe yang memiliki rentang 1,46853-1,4920. Walaupun ketiga sampel masuk dalam kriteria indeks bias SNI, hasil uji indeks bias pada penelitian bertentangan dengan beberapa penelitian lain yang menunjukkan lamanya waktu distilasi akan meningkatkan nilai indeks bias, seperti pada penelitian (Effendi and Widjanarko 2014) yang menguji indeks bias pada minyak atsiri selama 5, 6, dan 7 jam menunjukkan nilai indeks bias yang meningkat. Pengujian indeks bias pada sampel minyak atsiri jahe merah yang menurun menunjukkan bahwa minyak atsiri jahe merah yang didistilasi pada waktu yang lama memiliki tingkat kerapatan rendah. Peningkatan nilai indeks bias juga mengindikasikan peningkatan rantai karbon, dan jumlah ikatan rangkap. Faktor lain yang dapat menyebabkan penurunan nilai indeks bias minyak atsiri adalah semakin banyaknya kandungan air dalam minyak (Nugraheni *et al.* 2016).

### **Bilangan Asam**

Bilangan asam menunjukkan banyak kadar asam lemak bebas dalam minyak atsiri. Nilai bilangan asam yang kecil pada minyak atsiri menunjukkan minyak atsiri dengan kualitas yang baik (Daryono *et al.* 2014). Tabel 11 menunjukkan bilangan asam pada minyak atsiri jahe merah

memiliki nilai yang cukup tinggi dan meningkat dari perlakuan batas bawah hingga batas atas.

Berdasarkan SNI Minyak Jahe No. 06-1312-1998, ketentuan standar bilangan asam untuk minyak atsiri adalah maksimal sebesar 2 mg KOH/g. Hasil uji bilangan asam ketiga sampel tidak memenuhi SNI karena memiliki bilangan asam bernilai lebih dari 2 mg KOH/g. Peningkatan nilai bilangan asam disebabkan oleh faktor waktu penyulingan. Waktu kontak bahan dengan pelarut saat ekstraksi memengaruhi nilai bilangan asam. Semakin lama waktu ekstraksi, maka bilangan asam semakin besar. Faktor lain yang dapat memengaruhi tingginya bilangan asam adalah suhu operasi dan kandungan air (Daryono *et al.* 2014). Suhu ekstraksi yang tinggi sehingga minyak menjadi rusak atau terdenaturasi. Nilai bilangan asam minyak atsiri jahe merah pada penelitian ini lebih baik dari penelitian yang dilakukan (Srikandi *et al.*, 2020) dimana didapatkan bilangan asam sebesar 3,65 mg KOH/g.

### **KESIMPULAN**

Hasil optimasi kondisi proses hidrodistilasi minyak atsiri jahe merah yang dilakukan dengan RSM-CCD adalah kombinasi waktu penyulingan 6 jam dengan volume pelarut 720 ml dan bahan baku 60 g (rasio pelarut-bahan 12:1) dengan *desirability* 0,619. Kombinasi tersebut menghasilkan rendemen sebesar 0,14% dengan kadar sisa pelarut sebesar 3,557%. Minyak atsiri jahe merah yang dihasilkan juga memenuhi kriteria SNI Minyak Jahe No. 06-1312-1998 pada parameter bobot jenis dan indeks bias.

### **DAFTAR PUSTAKA**

- Azizah, N., E. Filaila, S. Salahuddin, E. Agustian, A. Sulaswatty, and N. Artanti. 2019. Antibacterial and Antioxidant activities of Indonesian ginger (jahe emprit) essential oil extracted by hydrodistillation. *Jurnal Kimia Terapan Indonesia* 20(2):90–96.

- Daryono, E., A. Pursitta, and A. Isnanini. 2014. Ekstrasi minyak atsiri pada tanaman kemangi dengan pelarut n-heksana. *Jurnal Teknik Kimia* 9(1):1-7.
- Djafar, F., M. D. Supardan, and A. Gani. 2010. Pengaruh Ukuran Partikel, Sf Rasio dan waktu Proses terhadap rendemen pada hidrodistilasi minyak Jahe. *Jurnal hasil Penelitian Industri* 23(2):47-54.
- Effendi, V. P., and S. B. Widjanarko. 2014. Distilasi dan karakterisasi minyak atsiri rimpang jeringau (acorus calamus) dengan kajian lama waktu distilasi dan rasio bahan : pelarut. *Jurnal Pangan dan Agroindustri* 2(2):1-8.
- Fauzi, R. A., A. Widyasanti, S. Dwiratna, N. Perwitasari, and S. Nurhasanah. 2022. Optimasi proses pengeringan terhadap aktivitas antioksidan bunga telang (clitoria ternatea) menggunakan metode respon permukaan. *Jurnal Teknologi Pertanian* 23(1):9-22.
- Handrianto, P. 2016. UJI ANTIBAKTERI EKSTRAK JAHE MERAH Zingiber officinale var . Rubrum TERHADAP Staphylococcus aureus DAN Escherichia coli. *Journal of Research Technology* 2(1):1-4.
- Hapsoh, Y. Hasanah, and E. Julianti. 2010. *Budidaya dan Teknologi Pasca Panen Jahe*. Page USU Press medan.
- Khasanah, L. U. 2015. Pengaruh Perlakuan Pendahuluan terhadap Karakteristik Mutu Minyak Atsiri Daun Jeruk Purut (Citrus hystrix DC). *Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan* 04(02):48-55.
- Kristian, J., S. Zain, S. Nurjanah, S. Putri, and A. Widyasanti. 2016. Pengaruh Lama Ekstraksi Terhadap Rendemen Dan Mutu Minyak Bunga Melati Putih Menggunakan Metode Ekstraksi Pelarut Menguap (Solvent Extraction). *Jurnal Teknotan* 10(2):34-43.
- Milojević, S. Ž., D. B. Radosavljević, V. P. Pavićević, S. Pejanović, and V. B. Veljković. 2013. Modelovanje kinetike hidrodestilacije etarskog ulja iz biljnih materijala. *Hemijaska Industrija* 67(5):843-859.
- Noordin, M. Y., V. C. Venkatesh, S. Sharif, S. Elting, and A. Abdullah. 2004. Application of response surface methodology in describing the performance of coated carbide tools when turning AISI 1045 steel. *Journal of Materials Processing Technology* 145(1):46-58.
- Nugraheni, K. S., L. U. Khasanah, R. Utami, and B. K. Ananditho. 2016. Pengaruh Perlakuan Pendahuluan dan Variasi Metode Destilasi Terhadap Karakteristik Mutu Minyak Atsiri Daun Kayu Manis (C. Burmanii). *Jurnal Teknologi Hasil Pertanian* IX(2).
- Pratiwi, L., M. S. Rachman, and N. Hidayati. 2016. Ekstraksi Minyak Atsiri Dari Bunga Cengkeh Dengan Pelarut Etanol Dan N-Heksana 2:131-137.
- Preedy, V. R., editor. 2016. *Essential oils in food preservation, flavor and safety*. Academic Press.
- Ramadhani, R. A., D. H. S. Riyadi, B. Triwibowo, and R. D. Kusumaningtyas. 2017. Review Pemanfaatan Design Expert untuk Optimasi Komposisi Campuran Minyak Nabati sebagai Bahan Baku Sintesis Biodiesel. *Jurnal Teknik Kimia dan Lingkungan* 1(1):11.
- Sakinah, A. 2018. *Pembuatan Natural Essential Oil Jahe Merah ( Zingiber Officinale Rovb . Var . Rubra )*.
- Srikandi, S., M. Humaeroh, and R. Sutamihardja. 2020. Kandungan Gingerol Dan Shogaol Dari Ekstrak Jahe Merah (Zingiber Officinale Roscoe) Dengan Metode Maserasi Bertingkat. *al-Kimiya* 7(2):75-81.
- Tritanti, A., and I. Pranita. 2018. The making of red ginger (zingiber officinale rovb. var. rubra) natural essential oil. *Journal of Physics: Conference Series* 1273:1-8.
- Victor, M., M. E. Mbaru, W. D. Proborini, and A. C. K. Fitri. 2018. Perbandingan Metode Distilasi Minyak Atsiri Daun Kayu Putih Menggunakan Hydrodistillation dan Steam Distillation. *eUREKA : Jurnal Penelitian Teknik Sipil dan Teknik Kimia* 2(2):215-221.
- Widyasanti, A., M. Z. Arsyad, and E. Wulandari. 2021. Ekstrasi Antosianin Kulit Buah Naga Merah (Hylocereus polyrhizus) Menggunakan Metode Maserasi. *AgroIndustri* 11(2):72-81.