

**PENINGKATAN MUTU MINYAK NILAM DENGAN
EKSTRAKSI DAN DESTILASI PADA BERBAGAI
KOMPOSISI PELARUT**



TESIS

**Untuk memenuhi sebagian persyaratan
mencapai derajat Sarjana S-2**

Magister Teknik Kimia

disusun oleh :

Nama : T.A. Bambang Irawan

Nim : L4C 008 022

**MAGISTER TEKNIK KIMIA
UNIVERSITAS DIPONEGORO
SEMARANG
2010**

TESIS
PENINGKATAN MUTU MINYAK NILAM DENGAN
EKSTRAKSI DAN DESTILASI PADA BERBAGAI
KOMPOSISI PELARUT

disusun oleh:

T.A BAMBANG IRAWAN

NIM: L4C 008 022

Telah dipertahankan di depan penguji
pada tanggal Agustus 2010
dan dinyatakan telah lulus memenuhi syarat untuk diterima

Ketua Program Studi
Magister Teknik Kimia

Menyetujui
Pembimbing,

(Prof.DR.Ir. Bambang Pramudono,MS.)

(Dr.Ir. Bakti Jos, DEA)

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa tesis ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri dan di dalamnya tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi dan lembaga pendidikan lainnya. Pengetahuan yang diperoleh dari hasil penerbitan maupun yang belum/tidak diterbitkan, sumbernya dijelaskan di dalam tulisan dan daftar pustaka.

Semarang, Juli 2010

(T.A.Bambang Irawan)

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan yang maha kuasa, maha penyayang dan pengasih yang telah membawa pencerahan kepada umat manusia, karena atas berkah dan rahmat serta kesehatan yang diberikannya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tesis yang berjudul “Peningkatan Mutu Minyak Nilam Dengan Ekstraksi Dan Destilasi Pada Berbagai Komposisi Pelarut”, sebagai suatu syarat untuk mendapatkan derajat Sarjana S2 pada program pasca sarjana Universitas Diponegoro Program Studi Magister Teknik Kimia.

Selama proses penulisan tesis ini, penulis telah banyak mendapatkan bantuan yang tidak ternilai harganya. Untuk itu pada kesempatan ini perkenankan saya dengan segala kerendahan hati dan penuh keikhlasan untuk menyampaikan rasa terima kasih yang tulus kepada :

1. Bapak Dr.Ir.Bakti Jos, DEA, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan, masukan yang membangun yang dirasakan penulis telah memberikan kesan yang berarti.
2. Seluruh dosen pengajar dan staf tata usaha pada program magister Teknik Kimia Universitas Diponegoro Semarang.
3. Isteri dan anak-anakku serta teman seperjuangan angkatan 2008, yang telah memberikan dukungan moral, semangat, motivasi dan doa demi keberhasilan tesis ini.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan tesis ini. Akhir kata semoga tesis ini dapat memberikan manfaat bagi semua pihak yang membacanya.

Penulis

T.A. Bambang Irawan

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Halaman Pengesahan	ii
Kata Pengantar	iii
Pernyataan	iv
Daftar Isi	v
Daftar Tabel	vii
Daftar Gambar.....	viii
Abstrak	ix
Abstract	x
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Pembatasan Masalah	3
1.3. Perumusan Masalah	3
1.4. Tujuan Penelitian	4
1.5. Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Kesesuaian Iklim dan Lahan	5
2.2. Varietas Unggul	6
2.3. Ekstraksi	8
2.4. Pelarut.....	15
2.5. Distilasi.....	19
2.6. Minyak Nilam.....	23
BAB III METODE PENELITIAN	27
3.1. Bahan Penelitian	25
3.2. Alat yang Dipakai.....	25
3.2.1. Rangkaian Alat Percobaan	25
3.2.2. Rangkaian Alat Destilasi Vacuum.....	26
3.3. Rancangan Penelitian	26
3.4. Ekstraksi Nilam	28

	3.5. Prosedur Kerja.....	29
	3.6. Analisa Hasil dan Analisa Data.....	30
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	35
	4.1. Rendemen Minyak Nilam yang Dihasilkan	32
	4.2. Mutu Minyak Nilam yang Dihasilkan.....	38
	4.2.1. Berat Jenis.....	38
	4.2.2. Indeks Bias.....	41
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN.....	46
	3.1. Kesimpulan	46
	3.2. Saran	46
BAB VI	RINGKASAN.....	47
LAMPIRAN 1	47
LAMPIRAN 2	51
DAFTAR PUSTAKA		
LAMPIRAN PERHITUNGAN		

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1.	Kriteria Kesesuaian Tanah dan Iklim	6
Tabel 2.2.	Sifat-Sifat Umum Pelarut.....	15
Tabel 2.3.	Spesifikasi Persyaratan Mutu (SNI-1998) ^(a)	24
Tabel 3.1.	Rancangan Penelitian Ekstraksi Nilam	28
Tabel 4.1.	Rendemen Minyak Nilam pada berbagai Perbandingan Berat Batang dan Daun.....	32
Tabel 4.2.	Rendemen Minyak Nilam Terhadap Waktu Ekstraksi	34
Tabel 4.3.	Rendemen Minyak Nilam Pada Berbagai Perbandingan n- heksana dan benzena.....	36
Tabel 4.4.	Berat Jenis Minyak Nilam dari Uji Pengaruh Perbandingan Berat Batang dan Daun	38
Tabel 4.5.	Berat Jenis Minyak Nilam Terhadap Pengaruh Waktu Ekstraksi.....	39
Tabel 4.6.	Berat Jenis Minyak Nilam Pada Berbagai Pengaruh Volume n- heksan & benzena	40
Tabel 4.7.	Indek Bias Minyak Nilam Pada Berbagai Pengaruh Perbandingan Berat Batang dan Daun	41
Tabel 4.8.	Indeks Bias Minyak Nilam Terhadap Pengaruh Waktu Ekstraksi.....	42
Tabel 4.9.	Indeks Bias Minyak Nilam Pada Berbagai Perbandingan Volume n Heksan & Benzena.....	43
Tabel 4.10.	Analisa Produk Hasil Percobaan Didapat Pada Kondisi Terbaik	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1. Peta Industri Minyak Atsiri	2
Gambar 2.1. Penampilan 3 Varietas Nilam.....	8
Gambar 2.2. Ekstraktor	14
Gambar 2.3. Struktur Molekul Senyawa.....	24
Gambar 3.1. Ekstraktor	25
Gambar 3.2. Destilator	26
Gambar 3.3. Skema Tahapan Penelitian	27
Gambar 4.1. Pengaruh Perbandingan Berat Batang dan Daun Nilam Terhadap Rendemen Minyak Nilam	33
Gambar 4.2. Pengaruh Waktu Ekstraksi Terhadap Rendemen Minyak Nilam.....	35
Gambar 4.3. Pengaruh Perbandingan n-heksan dan benzena Terhadap Rendemen Minyak Nilam.....	37
Gambar 4.4. Grafik Pengaruh Perbandingan Berat Batang dan Daun Nilam Terhadap Berat Jenis	39
Gambar 4.5. Pengaruh Waktu Ekstraksi Terhadap Berat Jenis.....	39
Gambar 4.6. Pengaruh Perbandingan volume n heksana & benzene terhadap Berat Jenis	40
Gambar 4.7. Grafik Pada Berbagai Perbandingan Berat Batang dan Daun Nilam Terhadap Indeks Bias	41
Gambar 4.8. Pengaruh Waktu Ekstraksi Terhadap Indeks Bias.....	42
Gambar 4.9. Grafik Pada Berbagai Perbandingan Volume n heksana dan benzene terhadap Indeks Bias	44

ABSTRAK

Minyak nilam tergolong dalam minyak atsiri dengan komponen utamanya *Patchouli Alkohol*, daun dan batang nilam mengandung minyak ini. Minyak nilam yang baik memiliki kadar PA diatas 30%, berwarna kuning jernih dan memiliki bau khas yang sulit dihilangkan, karena sifat aromanya yang kuat, minyak nilam banyak digunakan pada industri parfum dan kosmetik. Minyak nilam merupakan komoditi ekspor, Indonesia pemasok terbesar minyak nilam dunia (90%) sehingga minyak nilam mempunyai prospek yang cukup baik untuk dikembangkan.

Pengambilan minyak nilam umumnya menggunakan proses penyulingan dengan uap, pada proses ini rendemen yang dihasilkan sekitar 2,0% dengan kadar PA 28%. Rendemen dan mutu minyak nilam perlu ditingkatkan dengan metode ekstraksi – destilasi.

Proses ekstraksi dilakukan dengan menggunakan pelarut campuran n-heksana dan benzene, variable yang digunakan yaitu perbandingan berat batang dan daun (5:1; 4:1; 3:1; 2 :1; 1:1; 1:2; 1:3), waktu ekstraksi (60, 90, 120, 150, 180, 210, 240) menit dan perbandingan volume n heksana dan benzene (5:1, 4:1; 3:1, 2:1; 1:1; 1:2; 1:3) kemudian dilanjutkan dengan proses destilasi untuk memisahkan antara minyak dan pelarut.

Kondisi operasi optimum proses ekstraksi – destilasi diperoleh pada perbandingan berat batang dan daun 2:1; waktu ekstraksi 150 menit dan perbandingan volume n-heksana dan benzene 3:1. Rendemen yang diperoleh sebesar 4,3% dengan kadar *patchouli alcohol* (PA) sebesar 32 %.

Proses ekstraksi – destilasi dengan pelarut campuran n-heksana dan benzene, menghasilkan mutu dan rendemen minyak nilam yang lebih baik dari pada proses penyulingan.

Kata kunci : ekstraksi, destilasi, minyak nilam

ABSTRACT

Patchouli oil is categorized in with the main component of essential oil Patchouli Alcohol, patchouli leaves and stems contain this oil. Patchouli oil is good to have PA levels above 30%, clear yellow color and has a distinctive odor that difficult to remove, because the nature of a strong scent, patchouli oil widely used in perfumery and cosmetics industry. Patchouli oil is a commodity exports, Indonesian patchouli oil greatest supplier of the world (90%) so that patchouli oil has a good prospect for development. Intake of patchouli oil is generally used by the steam distillation process, this process yields approximately 2.0% generated with the PA content of 28%. Patchouli oil yield and quality need to be enhanced by the extraction method - distillation. Extraction process is done by using a solvent mixture of n-hexane and benzene, ie variables used stem and leaf weight ratio (5:1, 4:1, 3:1; 2: 1, 1:1, 1:2, 1:3), extraction time (60, 90, 120, 150, 180, 210, 240) minutes and the volume ratio of n hexane and benzene (5:1, 4:1, 3:1, 2:1, 1:1, 1: 2; 1:3) followed by a distillation process to separate oil and solvents.

The optimum operating conditions extraction process - distillation was obtained at the stem and leaf weight ratio of 2:1; extraction time 150 min and the volume ratio of n-hexane and benzene 3:1. The yield of 4.3% obtained with the concentration of patchouli alcohol (PA) of 32%.

The process of extraction - distillation with a solvent mixture of n-hexane and benzene, produces quality and yield of essential oil that is better than the distillation process

Keyword : extraction, destilation, Patchouli oil

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak atsiri atau yang disebut juga dengan *essential oils*, *etherial oils* atau *volatile oils* adalah komoditi ekstrak alami dari jenis tumbuhan yang berasal dari daun, bunga, kayu, biji-bijian bahkan putik bunga. Setidaknya ada 150 jenis minyak atsiri yang selama ini diperdagangkan di pasar internasional dan 40 jenis diantaranya dapat diproduksi di Indonesia (Manurung, 2010). Meskipun banyak jenis minyak atsiri yang bisa diproduksi di Indonesia, baru sebagian kecil jenis minyak atsiri yang telah berkembang dan sedang dikembangkan di Indonesia.

Industri pengolahan minyak atsiri di Indonesia telah ada sejak zaman penjajahan. Namun dilihat dari kualitas dan kuantitasnya tidak mengalami banyak perubahan. Hal ini disebabkan sebagian besar unit pengolahan minyak atsiri masih menggunakan teknologi sederhana/tradisional dan umumnya memiliki kapasitas produksi yang terbatas (Gunawan, 2009).

Indonesia merupakan negara agraris, dengan kekayaan alam yang luar biasa melimpah ruah, berbagai jenis tanaman tumbuh dengan varietas yang beraneka ragam jenisnya. Di era tahun 1960-an Indonesia tercatat sebagai salah satu penghasil minyak atsiri yang besar.

INDONESIAN AROMATIC PLANTS



Sumber : Indesco Aromatis

Gambar 1.1
Peta Industri Minyak Atsiri

Indonesia sebagai negara pengekspor minyak atsiri yang penting di dunia harus mengupayakan pengembangan, kualitas dan nilai minyak atsiri dan produk turunannya. Produksi minyak atsiri merupakan proses yang kompleks. Peningkatan efisiensi produksi memerlukan peningkatan produktivitas tanaman, perbaikan penanganan pasca panen, ekstraksi dan peningkatan nilai tambah yang didukung pengendalian dan jaminan mutu agar diperoleh mutu tinggi dan konsisten (Gunawan, 2009).

Di Indonesia terdapat 40 jenis minyak atsiri yang diperdagangkan, 12 jenis diantaranya sudah lama berkembang dan diekspor. Bahkan produk minyak atsiri Indonesia untuk jenis tertentu cukup dominan menguasai pasar dunia, seperti minyak nilam (800 ton produk atsiri), kenanga (25 ton produk atsiri), akar wangi (30 ton produk atsiri), serai wangi (500 ton produk atsiri), pala (350 ton produk atsiri) dan cengkeh (2.500 ton produk atsiri). Daerah tujuan ekspor antara lain meliputi Eropa, Amerika, Australia, Afrika, China,

India, dan ASEAN. Namun ekspor minyak atsiri Indonesia ke pasar internasional sebagian besar masih berupa produk setengah jadi.

Ekspor minyak atsiri nasional pada tahun ini diprediksi mampu mencapai 2.500 ton atau senilai US\$ 100 juta. Angka tersebut stagnan dibandingkan dengan realisasi 2009 (Manurung, 2010).

Indonesia bisa saja mendongkrak ekspor atsiri menjadi US\$ 1 miliar. Hal itu, dapat ditempuh jika penelitian, pengembangan, dan pembangunan industri pengolahan produk turunan minyak atsiri ditingkatkan. Saat ini Indonesia memasok hingga 90% kebutuhan minyak nilam (*patchouli oil*) dunia (Manurung, 2010).

1.2 Pembatasan Masalah

Kegiatan penelitian ini dilakukan dengan menggunakan bahan baku batang dan daun nilam serta normal heksana dan benzena sebagai pelarut, sebab normal heksana dan benzena adalah pelarut non polar sesuai dengan *solute* yang ada pada batang dan daun nilam yang non polar juga.

Hal yang berpengaruh dalam ekstraksi nilam diantaranya adalah komposisi bahan, waktu dan komposisi pelarut. Penelitian ini akan membahas mengenai pengaruh komposisi batang dan daun, waktu serta komposisi pelarut normal heksana dan benzena.

1.3 Perumusan Masalah

Produksi minyak nilam di Indonesia masih menggunakan proses penyulingan yang memerlukan waktu lama, rendemen sekitar 2% dan kadar *Patchouli* Alkohol 28 %. Ekstraksi dengan bahan baku daun nilam telah

dilakukan oleh peneliti sebelumnya, namun dalam penelitian tersebut memiliki kekurangan yaitu hanya menggunakan daun serta meninggalkan batangnya sebagai limbah.

Penelitian ini menggunakan batang dan daun sebagai bahan baku. Masalah mendasar dari penelitian ini yang akan dikaji adalah menentukan pengaruh komposisi bahan baku, menentukan pengaruh komposisi pelarut dan waktu ekstraksi.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan teknologi di bidang pembuatan minyak nilam. Secara spesifik penelitian ini bertujuan untuk :

1. Menentukan pengaruh komposisi normal heksana dan benzene yang tepat untuk mendapatkan minyak nilam yang berkualitas baik sesuai dengan standar nasional Indonesia dengan kadar *Patchouli* Alkohol diatas 30%.
2. Menentukan pengaruh komposisi daun dan batang nilam serta waktu ekstraksi untuk mendapatkan rendemen diatas 2%.

1.5. Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat berguna untuk :

1. Meningkatkan nilai jual minyak nilam yang berdampak terhadap peningkatan pendapatan produsen minyak
2. Memperkaya dan meningkatkan perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi di bidang produksi minyak nilam di Indonesia.
3. Bagi pembangunan/pemerintah :
Akan mendorong pendirian industri minyak nilam di Indonesia.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Tanaman Nilam (*Pogostemon Cablin Benth*) termasuk tanaman penghasil minyak atsiri yang memberikan kontribusi penting dalam dunia *flavour* dan *fragrance* terutama untuk industri parfum dan aroma terapi. Tanaman nilam berasal dari daerah tropis Asia Tenggara terutama Indonesia, Filipina, India (Grieve, 2002).

2.1. Kesesuaian Iklim Dan Lahan

Lahan dan iklim sangat mempengaruhi produksi dan kualitas minyak nilam, terutama ketinggian tempat dan ketersediaan air. Nilam yang tumbuh di dataran rendah – sedang (0-700 m dpl) kadar minyaknya lebih tinggi dibandingkan nilam yang tumbuh di dataran tinggi (> 700 m dpl). Nilam sangat peka terhadap kekeringan, kemarau panjang setelah panen dapat menyebabkan tanaman mati. Nilam dapat tumbuh di berbagai jenis tanah (*andosol, latosol, regosol, podsolik, kambisol*), akan tetapi tumbuh lebih baik pada tanah yang gembur dan banyak mengandung humus. Lahan harus bebas dari penyakit terutama penyakit layu bakteri, *budog, nematoda*, dan penyakit yang disebabkan oleh jamur. Pada tabel 2.1. menunjukkan kesesuaian tanah dan iklim dengan berbagai parameter yang dapat menghasilkan tanaman nilam dengan mutu yang baik. (Nuryani dkk, 2007)

Tabel 2.1. Kriteria kesesuaian tanah dan iklim

Parameter	Tingkat Kesesuaian			
	Sangat sesuai	Sesuai	Kurang Sesuai	Tidak Sesuai
1. Ketinggian (m dpl)	100-400	0-700	> 700	> 700
2. Jenis tanah	Andosol, latasol	Regosol podsolik, kambisol	Lainnya	Lainnya
3. Drainase	Baik	Baik	Agak Baik	Terhambat pasir
4. Tekstur	Lempung	Liat berpasir	Lainnya	Lainnya
5. Kedalaman air (cm)	> 100	75-100	50-75	< 50
6. pH (keasaman)	5,5-7	5-5,5	4,5-5	<4-5
7. Curah hujan (mm)	2.300-3.000	1.750-2.300 3.000-3.500	>3.500 1.200-1.750	>5.000 <1.200
8. Jumlah bulan basah (curah hujan >200 mm/bulan)	10-11	9-10	< 9	< 8

2.2. Varietas Unggul

Nilam (*Pogostemon sp.*) termasuk famili *Labiatae*, ordo *Lamiales*, klas *Angiospermae* dan divisi *Spermatophyta*. Di Indonesia terdapat tiga jenis nilam yang dapat dibedakan antara lain dari karakter morfologi, kandungan dan kualitas minyak, dan ketahanan terhadap cekaman biotik dan abiotik. Ketiga jenis nilam tersebut adalah: 1) *P. cablin Benth. Syn. P. patchouli Pellet var. Suavis Hook* yang disebut nilam Aceh, 2) *P. heyneanus Benth* yang disebut nilam Jawa dan 3) *P. hortensis Becker* yang disebut nilam sabun. Di antara ketiga jenis nilam, yang paling luas penyebarannya dan banyak dibudidayakan yaitu nilam Aceh, karena kadar minyak dan kualitas minyaknya lebih tinggi dari kedua jenis yang lainnya. Nilam Aceh merupakan tanaman yang diperkirakan berasal dari Filipina atau Semenanjung Malaysia, masuk ke Indonesia lebih seabad yang lalu.

Setelah sekian lama berkembang di Indonesia, tidak tertutup kemungkinan terjadi perubahan-perubahan dari sifat asalnya.

Dari hasil eksplorasi ditemukan bermacam-macam tipe yang berbeda baik karakter morfologinya, kandungan minyak, sifat fisika kimia minyak dan sifat ketahanannya terhadap penyakit dan kekeringan. Nilam Aceh berkadar minyak tinggi ($> 2,5\%$) sedangkan nilam Jawa rendah ($< 2\%$). Di samping nilam Aceh, di beberapa daerah di Jawa Tengah dan Jawa Timur petani mengusahakan juga nilam Jawa. Nilam Jawa Berasal dari India, disebut juga nilam kembang karena dapat berbunga. Ciri-ciri spesifik yang dapat membedakan nilam Jawa dan nilam Aceh secara visual yaitu pada daunnya. Permukaan daun nilam Aceh halus sedangkan nilam Jawa kasar. Tepi daun nilam Aceh bergerigi tumpul, pada nilam Jawa bergerigi runcing, ujung daun nilam Aceh runcing, nilam Jawa meruncing. Nilam Jawa lebih toleran terhadap nematoda dan penyakit layu bakteri dibandingkan nilam Aceh, karena antara lain disebabkan kandungan *fenol* dan *ligninnya* lebih tinggi dari pada nilam Aceh. Tanaman nilam adalah tanaman penghasil minyak atsiri, oleh sebab itu produksi, kadar dan mutu minyak merupakan faktor penting yang dapat dipergunakan untuk menentukan keunggulan suatu *varietas*. Di samping itu, karakter lainnya seperti sifat ketahanan terhadap penyakit juga merupakan salah satu indikator penentu. Banyak faktor yang mempengaruhi kadar dan mutu minyak nilam antara lain: genetik (jenis), budidaya, lingkungan, panen dan paska panen. Gambar 2.1. dibawah ini menunjukkan bahwa bentuk daun nilam masing-masing

varietas berbeda dan hasil minyak dengan kualitas minyak nilam yang terbaik didapat dari tanaman varietas Lhoksumawe karena daunnya tebal. (Nuryani dkk, 2007).



Varietas Lhoksumawe



Varietas Tapak Tuan



Varietas Sidikalang

Gambar 2.1. Penampilan 3 varietas nilam

2.3. Ekstraksi

a. Pengertian

Ekstraksi adalah suatu proses pemisahan dari bahan padat maupun cair dengan bantuan pelarut. Pelarut yang digunakan harus dapat mengekstrak substansi yang diinginkan tanpa melarutkan material

lainnya. Ekstraksi padat-cair atau *leaching* adalah transfer difusi komponen terlarut dari padatan *inert* kedalam pelarutnya. Proses ini merupakan proses yang bersifat fisik karena komponen terlarut kemudian dikembalikan lagi keadaan semula tanpa mengalami perubahan kimiawi. Ekstrak dari bahan padat dapat dilakukan jika bahan yang diinginkan dapat larut dalam pelarut pengestraksi (Panji, 2005).

Ekstraksi tergantung dari beberapa faktor antara lain yaitu :

1. Ukuran partikel
2. Jenis zat pelarut
3. Suhu
4. Pengadukan

Ekstraksi termasuk proses pemisahan melalui dasar operasi difusi. Secara difusi, proses pemisahan terjadi karena adanya perpindahan *solute*, searah dari fasa diluen ke fasa *solven*, sebagai akibat adanya beda potensial diantara dua fasa yang saling kontak sedemikian, hingga pada suatu saat, sistem berada dalam keseimbangan.

Secara garis besar, proses pemisahan secara ekstraksi terdiri dari tiga langkah dasar:

- 1) Langkah pencampuran, dengan menambahkan sejumlah massa *solven* sebagai tenaga pemisah (MSA).
- 2) Langkah pembentukan fasa kedua atau fasa ekstrak yang diikuti dengan pembentukan keseimbangan.
- 3) Langkah pemisahan kedua fasa seimbang.

Sebagai tenaga pemisah, *solven* harus dipilih sedemikian hingga kelarutannya dengan diluen adalah terbatas atau bahkan sama sekali tidak melarutkan, karena, ketika sejumlah massa *solven* ditambahkan ke dalam larutan (*solute* dalam diluen), maka akan terbentuk dua fasa cairan yang tidak saling melarut (Treybal,1981).

Fasa yang banyak mengandung *diluen* disebut sebagai fasa *rafinat*, sedang fasa yang sebagian besar terdiri dari *solven* disebut sebagai fasa *ekstrak*. Terbentuknya dua fasa cairan memungkinkan semua komponen yang ada dalam campuran terdistribusi dalam kedua fasa sesuai dengan koefisien distribusinya, hingga pada suatu saat dua fasa yang saling kontak berada dalam keseimbangan.

Pemisahan kedua fasa seimbang, dengan mudah dapat dilakukan jika *densitas fasa Rafinat* dan fasa *Ekstrak* memiliki perbedaan yang cukup. Tetapi jika densitas kedua fasa hampir sama, maka pemisahan menjadi semakin sulit, karena campuran cenderung membentuk emulsi. Lebih jauh, sebagai tenaga pemisah, *Solven* diharapkan dapat melarutkan *solute* cukup baik, memiliki perbedaan titik didih dengan *solute* cukup besar, tidak beracun, tidak bereaksi secara kimia dengan *solute* maupun diluen, murah dan mudah diperoleh (Guenther,1987) .

Di bidang industri, ekstraksi sangat luas penggunaannya, terutama jika larutan yang akan dipisahkan :

- 1) mempunyai sifat penguapan relatif yang rendah
- 2) tidak memiliki perbedaan titik didih yang cukup

- 3) sensitif terhadap panas
- 4) merupakan campuran *Azeotrop*

Komponen yang terdapat dalam larutan, menentukan jenis *solven* yang digunakan sebagai tenaga pemisah. Pada umumnya, proses ekstraksi tidak berdiri sendiri, tetapi melibatkan operasi-operasi lain seperti proses pengambilan kembali *solven* dari fasa ekstrak sehingga dapat dimanfaatkan kembali sebagai tenaga pemisah. Untuk maksud tersebut, banyak cara dapat dilakukan, misalnya dengan cara distilasi pemanasan sederhana atau dengan cara pendinginan untuk mengurangi sifat kelarutannya (Guenther, 1987).

b. Jenis Ekstraksi

1) Ekstraksi secara dingin

– Metode *maserasi*

Maserasi merupakan cara penyarian sederhana yang dilakukan dengan cara merendam bahan dalam pelarut selama beberapa hari pada temperatur kamar dan terlindung dari cahaya.

Keuntungan dari metode ini adalah peralatannya sederhana.

Metode maserasi dapat dilakukan dengan modifikasi sebagai berikut :

- Modifikasi maserasi melingkar
- Modifikasi maserasi *digesti*
- Modifikasi Maserasi Melingkar Bertingkat
- Modifikasi *remaserasi*

- Modifikasi dengan mesin pengaduk (Soeparman dkk,2009)

– Metode *Soxhletasi*

Soxhletasi merupakan penyarian bahan secara berkesinambungan, cairan penyari dipanaskan sehingga menguap, uap cairan penyari terkondensasi menjadi molekul-molekul air oleh pendingin balik dan turun menyari *simplisia* dalam klongsong dan selanjutnya masuk kembali ke dalam labu alas bulat setelah melewati pipa sifon

Keuntungan metode ini adalah :

- Dapat digunakan untuk sampel dengan tekstur yang lunak dan tidak tahan terhadap pemanasan secara langsung.
- Digunakan pelarut yang lebih sedikit
- Pemanasannya dapat diatur

– Metode Perkolasi

Perkolasi adalah cara penyarian dengan mengalirkan penyari melalui bahan yang telah dibasahi. Keuntungan metode ini adalah tidak memerlukan langkah tambahan yaitu sampel padat telah terpisah dari ekstrak. Kerugiannya adalah kontak antara sampel padat tidak merata atau terbatas dibandingkan dengan metode refluks, dan pelarut menjadi dingin selama proses perkolasi sehingga tidak melarutkan komponen secara efisien.

2) Ekstraksi secara panas

– Metode *refluks*

Keuntungan dari metode ini adalah digunakan untuk mengekstraksi sampel-sampel yang mempunyai tekstur kasar dan tahan pemanasan langsung.

Kerugiannya adalah membutuhkan volume total pelarut yang besar dan sejumlah manipulasi dari operator.

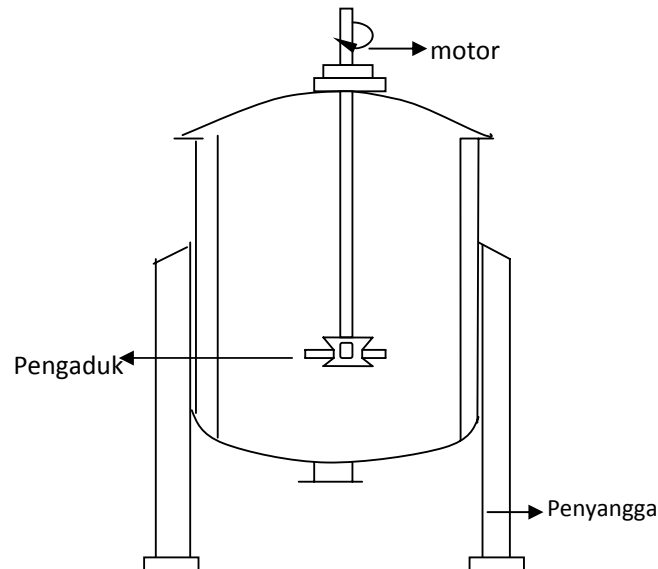
– Metode destilasi uap

Destilasi uap adalah metode yang populer untuk ekstraksi minyak-minyak menguap (*esensial*) dari sampel tanaman. Metode destilasi uap air diperuntukkan untuk menyari simplisia yang mengandung minyak menguap atau mengandung komponen kimia yang mempunyai titik didih tinggi pada tekanan udara normal (Guenther,1987).

c. Peralatan Ekstraksi

Seperti halnya peralatan lain yang digunakan pada proses pemisahan menurut dasar operasi difusional, peralatan ekstraksi harus dirancang sedemikian untuk mendapat luas bidang kontak antar fasa yang besar dengan harapan distribusi komposisi dalam kedua fasa lebih sempurna.

Alat Ekstraksi (Gambar 2.2) berupa sebuah tangki berpengaduk berbentuk silinder tegak yang dilengkapi dengan *baffle* (Brown, 1984).



Gambar 2.2 Ekstraktor

Di dalam ekstraktor digunakan bahan pelarut menguap (*solvent*) yang berfungsi sebagai bahan ekstraktor. Pada dasarnya bahan yang akan diekstraksi dicampur dengan bahan pelarut menguap, sehingga cairan bahan akan terdifusi ke luar dari dalam sel melalui dinding sel dan bercampur dengan bahan pelarut menguap tersebut. Campuran antara cairan ekstraksi dengan bahan pelarut menguap disebut “*micelle*” selanjutnya cairan ekstraksi dipisahkan dari bahan pelarut menguapnya. Bahan pelarut menguap tersebut dapat dipergunakan kembali untuk proses ekstraksi selanjutnya.

Agar supaya bahan pelarut menguap yang digunakan sebagai bahan ekstraktor dapat bercampur seluas mungkin dengan bahan yang diekstraksi, bahan yang diekstraksi dihaluskan atau dipotong lebih

dahulu dengan jalan digiling atau dirajang. Di samping itu dengan dihaluskannya bahan yang akan diekstraksi, sel-sel bahan akan pecah hingga keluarnya cairan ekstraksi dari bahan akan lebih mudah (Soeparman dkk,2009).

2.4. Pelarut

Pelarut adalah benda cair atau gas yang melarutkan benda padat, cair atau gas, yang menghasilkan sebuah larutan. Pelarut paling umum digunakan dalam kehidupan sehari-hari adalah air. Pelarut lain yang juga umum digunakan adalah pelarut organik (mengandung karbon). Pelarut biasanya memiliki titik didih rendah dan lebih mudah menguap, meninggalkan substansi terlarut yang didapatkan. Untuk membedakan antara pelarut dengan zat yang dilarutkan, pelarut biasanya terdapat dalam jumlah yang lebih besar (Guenther, 1987).

Tabel 2.2. Sifat-Sifat Umum Pelarut

<i>Solvent</i>	Rumus kimia	Titik didih	Konstanta Dielektrik	Massa jenis
Pelarut Non-Polar				
<i>Heksana</i>	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₃	69 °C	2.0	0.655 g/ml
<i>Benzena</i>	C ₆ H ₆	80 °C	2.3	0.879 g/ml
<i>Toluena</i>	C ₆ H ₅ -CH ₃	111 °C	2.4	0.867 g/ml
<i>Dietil eter</i>	CH ₃ CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₃	35 °C	4.3	0.713 g/ml
<i>Kloroform</i>	CHCl ₃	61 °C	4.8	1.498 g/ml
<i>Etil asetat</i>	CH ₃ -C(=O)-O-CH ₂ -CH ₃	77 °C	6.0	0.894 g/ml
Pelarut Polar Aprotic				
<i>1,4-Dioksana</i>	/-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -O-\	101 °C	2.3	1.033 g/ml

<i>Solvent</i>	Rumus kimia	Titik didih	Konstanta Dielektrik	Massa jenis
<i>Tetrahidrofurana (THF)</i>	$\text{/-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-}$	66 °C	7.5	0.886 g/ml
<i>Diklorometana (DCM)</i>	CH_2Cl_2	40 °C	9.1	1.326 g/ml
<i>Asetona</i>	$\text{CH}_3\text{-C(=O)-CH}_3$	56 °C	21	0.786 g/ml
<i>Asetonitril (MeCN)</i>	$\text{CH}_3\text{-C}\equiv\text{N}$	82 °C	37	0.786 g/ml
<i>Dimetilformamida (DMF)</i>	$\text{H-C(=O)N(CH}_3)_2$	153 °C	38	0.944 g/ml
<i>Dimetil sulfoksida (DMSO)</i>	$\text{CH}_3\text{-S(=O)-CH}_3$	189 °C	47	1.092 g/ml
Pelarut Polar Protic				
<i>Asam asetat</i>	$\text{CH}_3\text{-C(=O)OH}$	118 °C	6.2	1.049 g/ml
<i>n-Butanol</i>	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$	118 °C	18	0.810 g/ml
<i>Isopropanol (IPA)</i>	$\text{CH}_3\text{-CH(-OH)-CH}_3$	82 °C	18	0.785 g/ml
<i>n-Propanol</i>	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$	97 °C	20	0.803 g/ml
<i>Etanol</i>	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$	79 °C	30	0.789 g/ml
<i>Metanol</i>	$\text{CH}_3\text{-OH}$	65 °C	33	0.791 g/ml
<i>Asam format</i>	H-C(=O)OH	100 °C	58	1.21 g/ml
<i>Air</i>	H-O-H	100 °C	80	1.000 g/ml

Pemilihan Pelarut

Pelarut yang digunakan dalam proses pengambilan minyak secara ekstraksi harus memenuhi syarat syarat tertentu yaitu:

1) Bersifat selektif

Pelarut harus dapat melarutkan semua zat wangi dengan cepat dan sempurna serta sesedikit mungkin melarutkan bahan seperti lilin, pigmen dan senyawa albumin.

2) Mempunyai titik didih yang cukup rendah

Hal ini supaya pelarut mudah dapat diuapkan tanpa menggunakan

suhu tinggi, namun titik didih pelarut tidak boleh terlalu rendah karena akan mengakibatkan kehilangan akibat penguapan.

3) Bersifat *inert*.

Artinya pelarut tidak bereaksi dengan komponen minyak.

4) Murah dan mudah didapatkan (Guenther,1987).

Pelarut yang baik untuk ekstraksi adalah pelarut yang memenuhi syarat-syarat diatas. Namun tidak ada pelarut yang benar-benar ideal. Jenis-jenis bahan pelarut yang banyak dipakai antara lain :

a) *Petroleum eter*

Merupakan minyak hasil penyulingan dengan titik didih 30-70°C, bersifat stabil dan mudah menguap maka sangat baik untuk proses ekstraksi. Penggunaan *petroleum eter* sangat menguntungkan karena bersifat selektif dalam melarutkan zat, tapi mempunyai kelemahan yaitu kehilangan pelarut cukup besar selama proses berlangsung.

b) Alkohol

Mempunyai titik didih 78°C. Alkohol merupakan pelarut yang cukup baik digunakan untuk mengekstraksi bahan kering daun-daunan, batang, akar dan biji.

c) Benzena

Adalah senyawa aromatik yang paling sederhana dengan rumus C_6H_6 . Merupakan pelarut yang baik setelah eter. Benzena tidak hanya melarutkan minyak hasil ekstraksi tapi

juga melarutkan lilin, *albumin*, dan zat warna sehingga minyak hasil ekstraksi dengan benzene berwarna gelap, lebih kental. Biasanya digunakan untuk mengekstraksi minyak yang mempunyai titik didih lebih rendah, misalnya minyak gandum. Benzene memiliki titik didih yang tinggi yaitu $80,1^{\circ}\text{C}$ (Guenther.1987)

Sifat-Sifat Benzene adalah :

- Cairan tidak berwarna, bau sedap, tak larut dalam air tetapi larut dalam pelarut organik.
- Mudah terbakar, berjelaga karena kadar karbon tinggi

Sifat fisik dan kimia	
Rumus molekul	C_6H_6
Massa molar	78,1121 g/mol
Penampilan	Cairan tak berwarna
Densitas	0,8786 g/mL, zat cair
Titik leleh	$5,5^{\circ}\text{C}$ (278,6 K)
Titik didih	$80,1^{\circ}\text{C}$ (353,2 K)
Kelarutan dalam air	0,8 g/L (25°C)
Viskositas	0,652 cP pada 20°C
Momen dipol	0 <u>D</u>

(HSDB. 1999)

d) *Heksana*

Heksana adalah senyawa hidrokarbon golongan *alkana* dengan rumus C_6H_{14} merupakan fraksi petroleum *eter* dengan kisaran titik didih $65-70^{\circ}\text{C}$. Keuntungan pelarut ini yaitu bersifat selektif dalam melarutkan zat, menghasilkan jumlah

kecil lilin, albumin, dan zat warna, namun dapat mengekstrak zat pewangi dalam jumlah besar (Guenther, 1987).

Sifat fisik dan kimia	
Deskripsi	cairan tak berwarna
Rumus	C_6H_{14}
kadar	97,7 %
Berat Jenis	0,660 g/ml (20°C)
Berat molekul	86,10
Titik didih	68,95 °C
Titik lebur	- 95,3 °C
Kekentalan	0,294 CP (25 °C)
Kelarutan	tidak larut dalam air, larut dalam pelarut organik, sangat larut dalam alkohol

Sumber : (HSDB, 1999).

2.5. Distilasi

Distilasi merupakan suatu perubahan cairan menjadi uap dan uap tersebut didinginkan kembali menjadi cairan. Unit operasi distilasi merupakan metode yang digunakan untuk memisahkan komponen-komponen yang terdapat dalam suatu larutan atau campuran dan tergantung pada distribusi komponen-komponen tersebut antara fasa uap dan fasa air. Semua komponen tersebut terdapat dalam fasa cairan dan uap. Fasa uap terbentuk dari fasa cair melalui penguapan (evaporasi) pada titik didihnya (Geankoplis, 1983).

Syarat utama dalam operasi pemisahan komponen-komponen dengan cara distilasi adalah komposisi uap harus berbeda dari komposisi cairan dengan terjadi keseimbangan larutan-larutan, dengan komponen-

komponennya cukup dapat menguap. Suhu cairan yang mendidih merupakan titik didih cairan tersebut pada tekanan atmosfer yang digunakan (Geankoplis, 1983).

Distilasi dilakukan melalui tiga tahap : evaporasi yaitu memindahkan pelarut sebagai uap dari cairan; pemisahan uap-cairan di dalam kolom, untuk memisahkan komponen dengan titik didih lebih rendah yang lebih volatil dari komponen lain yang kurang volatil dan kondensasi dari uap, untuk mendapatkan fraksi pelarut yang lebih volatil.

a. Teori Dasar Distilasi

Perpindahan panas ke cairan yang sedang mendidih memegang peranan yang penting pada proses evaporasi dan distilasi atau juga pada proses biologi dan proses kimia lain seperti proses *petroleum*, pengendalian temperatur suatu reaksi kimia, evaporasi suatu bahan pangan dan sebagainya.

Cairan yang sedang dididihnya biasanya ditampung dalam bejana dengan panas yang berasal dari pipa-pipa pemanas yang horizontal atau vertikal. Pipa dan plat-plat tersebut dipanaskan dengan listrik, dengan cairan panas atau uap panas pada sisi yang lain (Geankopolis, 1983).

Perbedaan sifat campuran suatu fase dengan campuran dua fase dapat dibedakan secara jelas jika suatu cairan menguap, terutama dalam keadaan mendidih. Sebagai contoh adalah cairan murni didalam suatu tempat yang tertutup. Pada suhu tertentu molekul-molekul cairan tersebut memiliki energi tertentu dan bergerak bebas secara tetap dan

dengan kecepatan tertentu. Tetapi setiap molekul dalam cairan hanya bergerak pada jarak pendek sebelum dipengaruhi oleh molekul-molekul lain, sehingga arah geraknya diubah. Namun setiap molekul pada lapisan permukaan yang bergerak ke arah atas akan meninggalkan permukaan cairan dan akan menjadi molekul uap. Molekul-molekul uap tersebut akan tetap berada dalam gerakan yang konstan, dan kecepatan molekul-molekul dipengaruhi oleh suhu pada saat itu (Guenther, 1987).

Zat cair yang mudah larut kepada suatu cairan dalam keadaan suhu konstan, maka cairan tersebut akan larut sempurna pada larutan yang pertama. Kedua larutan tersebut terbentuk fase tunggal dimana bagian permukaan dari campuran larutan tersebut terutama terdiri dari molekul-molekul cairan jenis pertama. Jumlah molekul cairan jenis pertama yang lolos ke dalam ruang penguapan dalam waktu tertentu tergantung dari jumlah molekul yang berada di lapisan permukaan cairan. Jumlah ini lebih sedikit dibanding dengan larutan murni semula. Akan tetapi bagi molekul yang saling larut sempurna, molekul yang berubah menjadi cairan (berkondensasi) tidak akan segera terjadi. Karena luas permukaan tidak berubah, sedangkan molekul cairan jenis pertama lebih banyak berkondensasi daripada menguap, maka untuk sementara waktu keadaan keseimbangan akan terganggu. Proses tersebut akan berlangsung terus sampai tercapai suatu ketimbangan yang mantap, yaitu pada saat kecepatan penguapan dan kondensasi sudah sama besarnya. Keadaan kesetimbangan ini pada suatu saat akan mengalami

gangguan kembali yaitu pada saat molekul uap cairan pertama semakin berkurang (Geankoplis, 1983).

Kondensasi atau proses pengembunan uap menjadi cairan, dan penguapan suatu cairan menjadi uap melibatkan perubahan fase cairan dengan koefisien pindah panas yang besar. Kondensasi terjadi apabila uap jenuh seperti steam bersentuhan dengan padatan yang temperaturnya dibawah temperatur jenuh sehingga membentuk cairan seperti air (Geankoplis, 1983).

b. Distilasi Vakum

Titik didih dapat didefinisikan sebagai suhu pada tekanan atmosfer atau pada tekanan tertentu lainnya, dimana cairan akan berubah menjadi uap atau suhu pada saat tekanan uap dari cairan tersebut sama dengan tekanan gas atau uap yang berada disekitarnya. Jika dilakukan proses penyulingan pada tekanan atmosfer maka tekanan uap tersebut akan sama dengan tekanan air raksa dalam kolom setinggi 760 mmHg. Berkurangnya tekanan pada ruangan di atas cairan akan menurunkan titik didih, dan sebaliknya peningkatan tekanan di atas permukaan cairan akan menaikkan titik didih cairan tersebut (Guenther, 1987).

Beberapa bahan organik tidak dapat didistilasi secara memuaskan pada tekanan atmosfer, sebab akan mengalami penguraian atau dekomposisi sempurna sebelum titik didih normal tercapai. Dengan menurunkan tekanan eksternal 0,1-30 mmHg, titik didih dapat diturunkan

dan distilasi dapat berlangsung tanpa mengakibatkan terjadinya dekomposisi.

jika cairan yang disuling tidak stabil pada kisaran suhu tertentu, atau jika titik didihnya pada kondisi normal terlalu tinggi, maka destilasi dapat dilakukan pada suhu yang direndahkan dengan menurunkan tekanan atmosfer distilasi. Teknik distilasi ini disebut distilasi vakum.

2.6. Minyak Nilam

Minyak nilam berwarna kuning jernih dan berbau khas, mengandung senyawa *patchouli alcohol* yang merupakan penyusun utama dalam minyak nilam, dan kadarnya mencapai 50-60%. *Patchouli alcohol* merupakan senyawa *seskiterpen alkohol tersier trisiklik*, tidak larut dalam air, larut dalam alkohol, eter atau pelarut organik yang lain, mempunyai titik didih 280,37°C dan kristal yang terbentuk memiliki titik leleh 56°C. Minyak nilam selain mengandung senyawa *Patchouli Alkohol* (komponen utama) juga mengandung komponen minor lainnya, pada umumnya senyawa penyusun minyak atsiri bersifat asam dan netral, begitu pula dengan minyak nilam, tersusun atas senyawa-senyawa yang bersifat asam dan netral misalnya senyawa asam *2-naftalenkarboksilat* yang merupakan salah satu komponen minor penyusun minyak nilam (Guenther, 1987). Struktur molekul dari senyawa *Patchouli Alkohol* dan senyawa asam *2-naftalenkarboksilat* ditunjukkan pada gambar 2.3 dibawah ini :

BAB III

METODE PENELITIAN

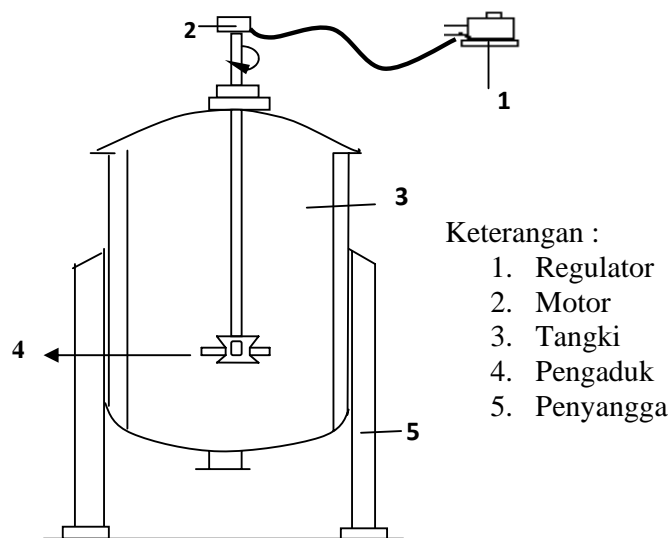
3.1. Bahan Penelitian.

Bahan utama pada penelitian ini adalah batang dan daun nilam yang diperoleh dari desa Lowungu Kec. Bejen kab. Temanggung. Bahan penelitian lain meliputi Normal Heksana dan Benzena (P.T Adiguna Eka Sentra).

3.2 Alat yang dipakai

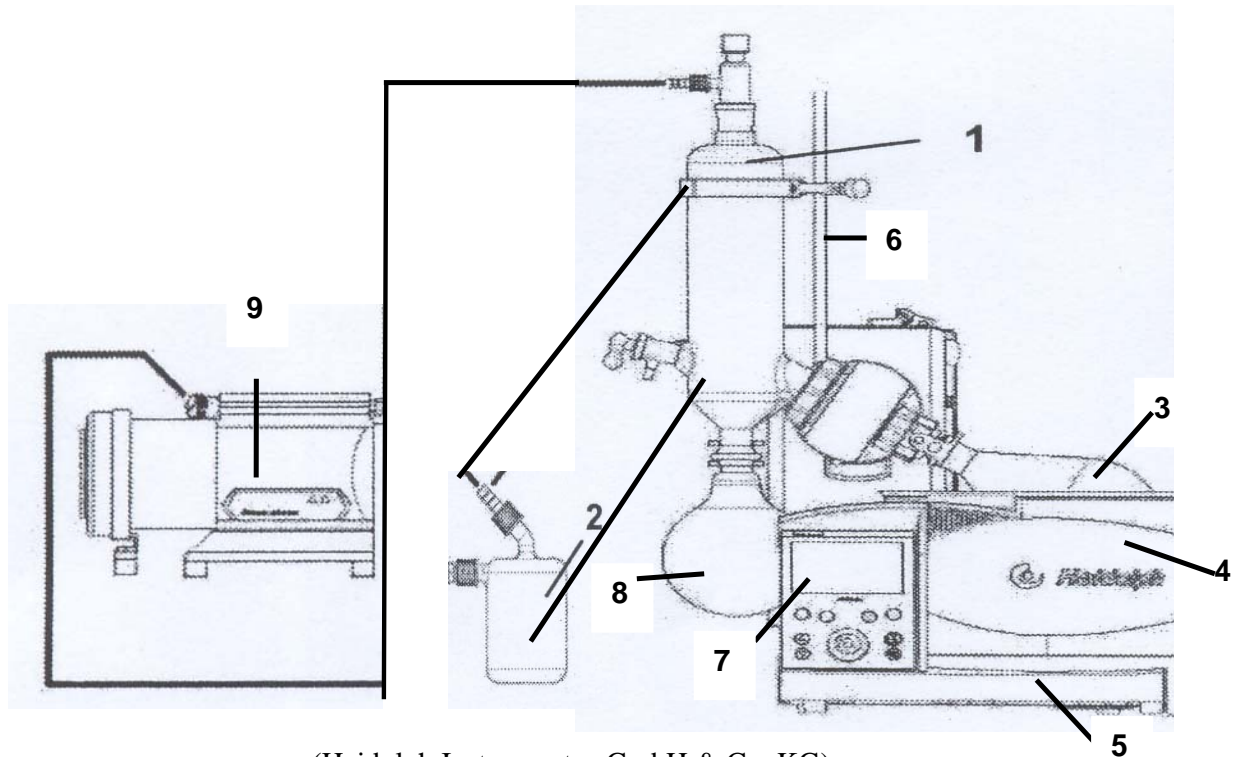
Alat utama penelitian ini adalah Ekstraktor yang dilengkapi dengan reaktor tangki berpengaduk dengan kecepatan pengadukan 200 rpm dan Destilator yang dilengkapi dengan pendingin, pompa vacum, penangas air, pemanas listrik serta alat pembantu meliputi timbangan digital, alat penyaring, oven, piknometer dan refraktometer.

3.2.1. Rangkaian alat percobaan



Gambar 3.1. Ekstraktor

3.2.2. Rangkaian Alat Destilasi Vaccum



(Haidolph Instrumentsn GmbH & Co. KG)

Gambar 3.2. Destilator

Keterangan :

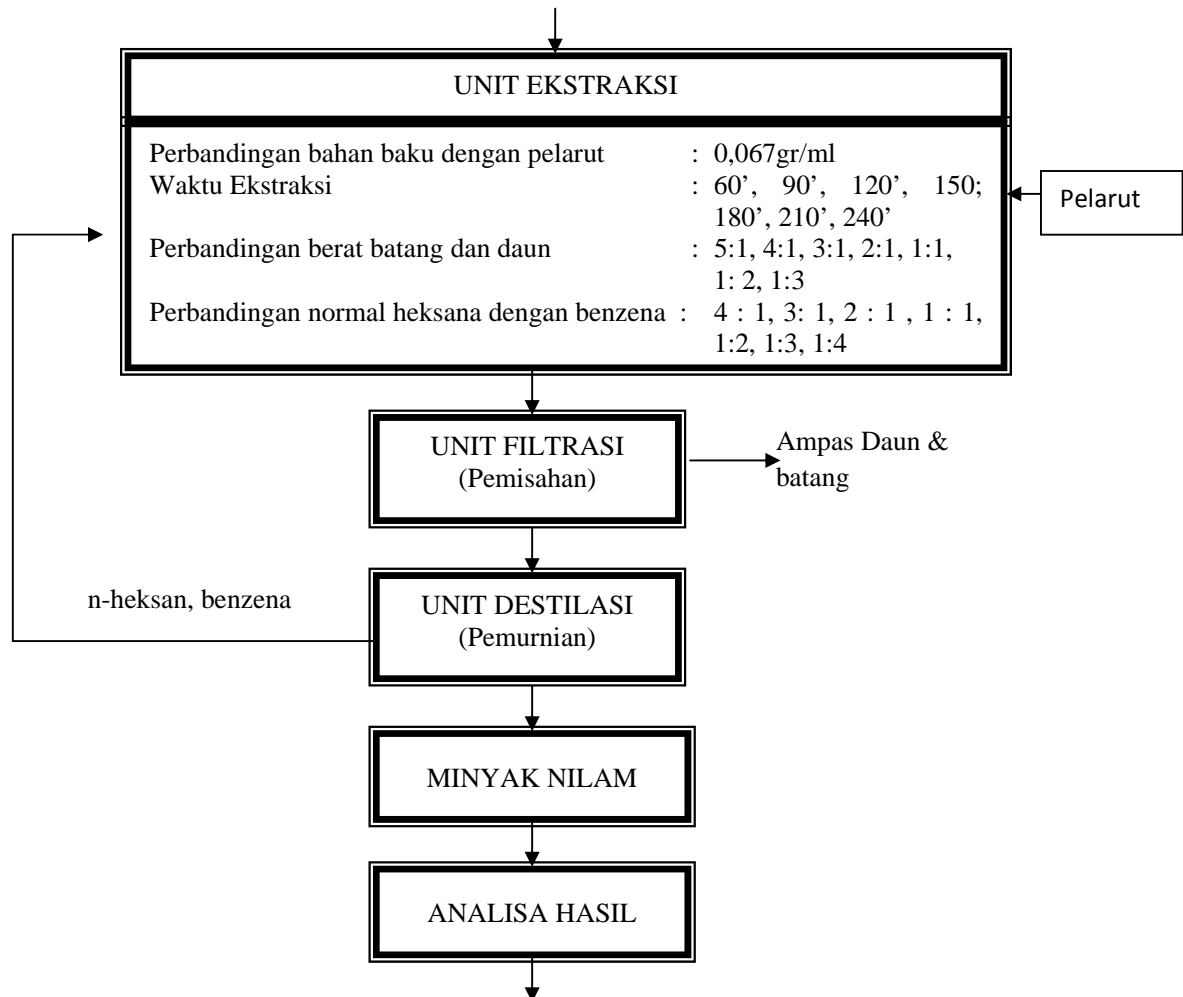
- | | |
|-------------------------|---------------------------|
| 1. Pendingin | 6. Klem dan Statif |
| 2. Tangki air pendingin | 7. Regulator |
| 3. Labu destilasi | 8. Labu penampung pelarut |
| 4. Penangas air | 9. Pompa Vaccum |
| 5. Kompor listrik | |

3.3. Rancangan Penelitian

Penelitian menggunakan metode eksperimental yang dilakukan dilaboratorium Bio Proses Universitas Diponegoro dan Akademi Kimia Industri. Secara garis besar tahapan penelitian yang akan dilakukan sebagaimana bagan yang tertera pada Gambar 3.3 berikut ini:

Gambar 3.3. Skema Tahapan Penelitian

BAHAN BAKU NILAM KERING
SEBERAT 400 GRAM



- Berat jenis, dan indeks bias

Kondisi operasi ekstraksi adalah sebagai berikut :

1. Kecepatan pengadukan 200 rpm
2. Perbandingan bahan baku dan pelarut 0,067 gr/ml
3. Suhu kamar

Kondisi operasi destilasi adalah sebagai berikut :

1. Suhu 40 °C
2. Tekanan 177 mmHg

3.4. Ekstraksi Nilam

Pada tahapan ekstraksi nilam dilakukan 21 run dengan 3 variabel berubah . Kegiatan penelitian dilakukan dengan menggunakan rancangan percobaan dengan distribusi perlakuan sebagaimana tertera pada tabel 3.1 berikut ini :

Tabel 3.1
RANCANGAN PENELITIAN EKSTRAKSI NILAM

Run	Variabel Proses			Hasil Variabel Optimum
	Perbandingan berat batang & daun (gram/gram)	Waktu operasi (menit)	Perbandingan vol n heksan dan benzena (ml/ml)	
Variasi Batang dan Daun				
1.	5 : 1	60	4 : 1	F opt
2.	4 : 1	60	4 : 1	
3.	3 : 1	60	4 : 1	
4.	2 : 1	60	4 : 1	
5.	1 : 1	60	4 : 1	
6.	1 : 2	60	4 : 1	
7.	1 : 3	60	4 : 1	
Variasi Waktu				
8.	Perbandingan batang & daun optimal (F opt)	60	4 : 1	t opt
9.		90	4 : 1	
10.		120	4 : 1	
11.		150	4 : 1	
12.		180	4 : 1	
13.		210	4 : 1	
14.		240	4 : 1	

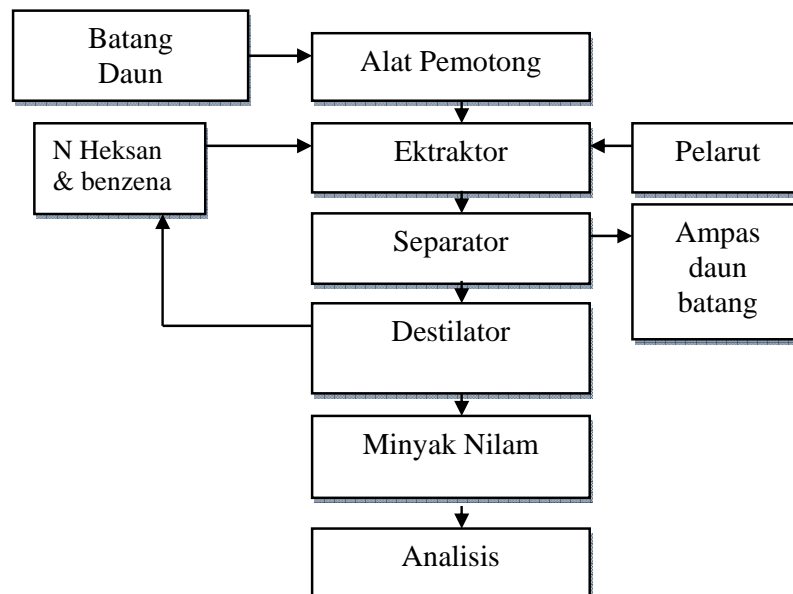
Run	Variabel Proses			Hasil Variabel Optimum
Variasi Perbandingan Volume Pelarut				
15.	F opt	t opt	4 : 1	V opt
16.	F opt	t opt	3 : 1	
17.	F opt	t opt	2 : 1	
18.	F opt	t opt	1 : 1	
19.	F opt	t opt	1 : 2	
20.	F opt	t opt	1 : 3	
21.	F opt	t opt	1 : 4	

Kondisi operasi tetap :

1. Kecepatan pengadukan : 200 rpm
2. Suhu kamar
3. Berat bahan baku : 400 gram
4. Volume pelarut : 6000 ml

3.5. Prosedur Kerja

3.5.1. Skema Prosedur Penelitian



3.6. Analisa hasil dan analisa data

1. Indeks Bias dengan Refraktometer Abbe

Prinsip :

Jika sinar monokromatis melewati suatu media (A) ke media yang lebih padat (B), maka akan terjadi perubahan kecepatan dan pembiasan sinar tersebut mendekati garis normal atau sudut sinar datang lebih besar dari sudut bias. Perbandingan sinus sudut sinar datang dengan sinus sudut bias disebut Indeks Bias.

Prosedur :

Sebelum digunakan prisma refraktometer dibersihkan terlebih dahulu dengan menggunakan alkohol. Contoh minyak ditetaskan diatas prisma refraktometer, prisma dirapatkan dan dibiarkan beberapa menit agar merata. Dengan mengatur slide, maka akan diperoleh batas terang dan gelap yang jelas. Indeks Bias dapat dibaca pada skala bila garis ini berhimpit dengan titik potong dua garis yang bersilang.

Perhitungan :

$$\text{Perhitungan } n^1 = n^{25} + n^k (25 - t)$$

Keterangan :

n^1 : indek bias pada suhu tertentu ($t^\circ\text{C}$)

n^{25} : indek bias pada suhu pengerjaan (suhu ruang)

n^k : nilai korelasi untuk minyak nilam sebesar 0,00045

2. Berat jenis dengan Piknometer 10 ml

Prinsip :

Nilai berat jenis suatu minyak atsiri dihitung berdasarkan perbandingan antara kerapatan minyak atsiri pada suhu tertentu dengan kerapatan air pada suhu yang sama. Berat jenis suatu senyawa organik dipengaruhi oleh berat molekul, polaritas, suhu dan tekanan.

Prosedur :

Piknometer dibersihkan dengan alkohol, setelah kering ditimbang. Piknometer diisi dengan minyak sampai melebihi tanda garis, kelebihan minyak diusap dengan kertas saring. Cara yang sama dilakukan terhadap air suling.

Perhitungan :

Berat jenis = berat minyak (gram) : berat air suling (gram)

3. Rendemen :

Perhitungan :

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat Minyak Nilam yang dihasilkan}}{\text{Berat Bahan Baku}} \times 100 \%$$

4. Analisa data :

Analisa data yang digunakan adalah dalam bentuk grafik dan tabel.

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

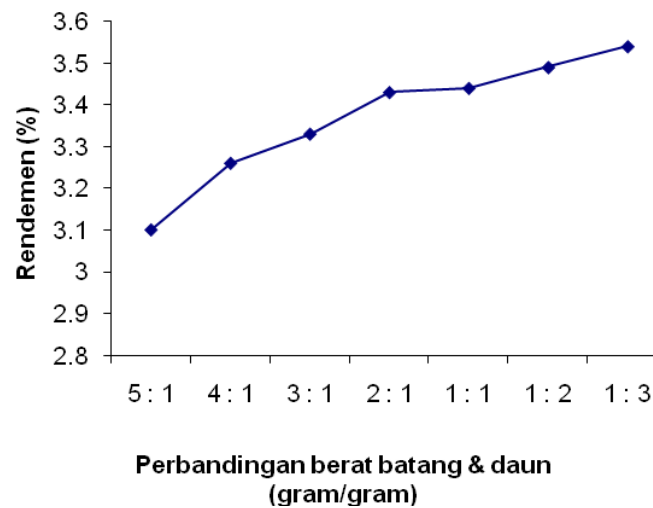
4.1. Rendemen Minyak Nilam yang dihasilkan

I. Pengaruh Perbandingan berat batang dan daun terhadap rendemen minyak nilam

- Perbandingan volume pelarut n heksana dan benzena : 4800 ml dan 1200 ml (6000ml).
- Waktu ekstraksi : 60 menit

Tabel 4.1. Rendemen minyak nilam pada berbagai perbandingan berat batang dan daun

No.	Perbandingan berat batang dan daun (gram/gram)	Volume minyak nilam (ml)	Berat Minyak Nilam (gram)	Rendemen %
1	5 : 1	14	12,4	3,1
2	4 : 1	14,6	13,04	3,26
3	3 : 1	14,8	13,32	3,33
4	2 : 1	15	13,7	3,43
5	1 : 1	15,2	13,78	3,44
6	1 : 2	15,4	13,96	3,49
7	1 : 3	15,6	14,06	3,54



Gambar 4.1. Pengaruh Perbandingan Berat Batang dan Daun Nilam Terhadap Rendemen Minyak Nilam

Perbandingan banyaknya batang dan daun nilam yang diekstrak mempengaruhi rendemen minyak nilam yang dihasilkan, dari grafik diketahui bahwa rendemen minyak nilam meningkat sejalan dengan peningkatan jumlah daun nilam pada bahan baku, semakin banyak daun nilam dalam bahan baku rendemen minyak akan mengalami peningkatan. Hal ini disebabkan pada tanaman nilam, akar, batang dan daun mengandung minyak, namun kandungan minyaknya sangat berlainan. Kandungan minyak tertinggi terdapat pada daun, tetapi kualitas minyak terbaik ada pada batang sebab pada batang terkandung senyawa atom karbon asimetris yang memutar bidang polarisasi kekiri (Sulaswatty dkk, 2001). Kecenderungan minyak nilam memutar bidang polarisasi kekiri disebabkan oleh komponen Patchouli Alkohol yang memiliki daya aktif kekiri lebih besar (Guenther, 1987). Penggunaan daun yang lebih banyak dari batang nilam tidak ekonomis sebab pada

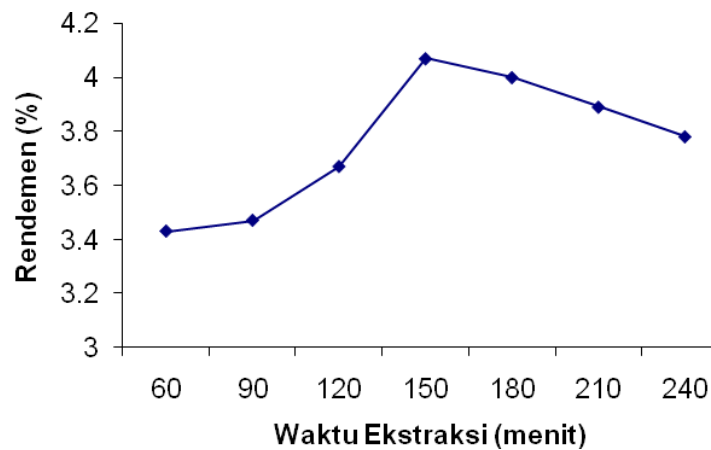
tanaman nilam jumlah berat batang lebih banyak dari daun, sehingga akan banyak batang yang terbuang. Pada grafik terlihat perbandingan 2 : 1 dengan jumlah batang nilam lebih banyak dari daun (266 gr dan 134 gr) menghasilkan rendemen yang cukup tinggi dan kualitas minyak yang baik dengan berat jenis terbesar 0,9133 dapat dilihat pada tabel 4.4, sehingga komposisi inilah yang paling ideal untuk digunakan sebagai bahan baku.

II. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap rendemen minyak nilam

- Perbandingan berat batang dan daun : 266 dan 134 gr
- Perbandingan volume n heksana dan benzena 4800 ml dan 1200 ml

Tabel 4.2. Rendemen minyak nilam Terhadap Waktu Ekstraksi

No.	Waktu Ekstraksi (Menit)	Volume minyak nilam (ml)	Berat Minyak Nilam (gram)	Rendemen %
1	60	15,2	13,70	3,43
2	90	15,4	13,90	3,47
3	120	16,2	14,70	3,67
4	150	17,2	16,26	4,07
5	180	16,8	16	4,00
6	210	16,5	15,56	3,89
7	240	16	15,12	3,78



Gambar 4.2 Pengaruh Waktu Ekstraksi Terhadap Rendemen minyak nilam

Lamanya waktu proses ekstraksi sangat berpengaruh terhadap minyak yang dihasilkan. Dari grafik diketahui bahwa rendemen minyak yang dihasilkan berbeda dalam berbagai perubahan waktu. Kenaikan waktu proses yang digunakan menghasilkan kenaikan rendemen pada minyak yang dihasilkan. Lamanya waktu akan mempermudah penetrasi pelarut kedalam bahan baku, kelarutan komponen-komponen minyak nilam berjalan dengan perlahan sebanding dengan kenaikan waktu, akan tetapi setelah mencapai waktu optimal jumlah minyak yang terambil mengalami penurunan. Hal ini disebabkan komponen minyak pada bahan baku jumlahnya terbatas dan pelarut yang digunakan mempunyai batas kemampuan untuk melarutkan bahan yang ada, sehingga walaupun waktu ekstraksi diperpanjang *solute* yang ada pada bahan sudah tidak ada. Di samping itu dengan penambahan waktu akan terjadi dekomposisi dari komponen-komponen selain minyak termasuk didalamnya impuritas

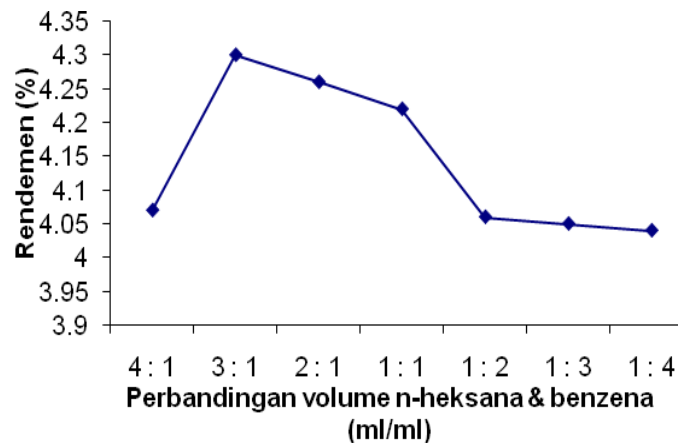
yang menyebabkan perubahan sifat komponen tersebut misalnya titik didih komponen baru lebih rendah dari titik didih komponen sebelumnya sehingga menjadi lebih menguap dan akhirnya ikut terkondensasi (Guenther,1987). Waktu terbaik untuk perbandingan berat batang dan daun 2:1 tercapai pada 150 menit.

III. Pengaruh perbandingan volume n heksana dan benzene terhadap rendemen minyak nilam

- Perbandingan berat batang dan daun 266 gr dan 134gr
- Waktu ekstraksi : 150 menit

Tabel 4.3. Rendemen minyak nilam Pada Berbagai perbandingan n-heksana dan benzene

No.	Perbandingan volume n-heksana dan benzene (ml/ml)	Volume minyak nilam (ml)	Berat Minyak Nilam (gram)	Rendemen %
1	4 : 1	17	16,26	4,07
2	3 : 1	17,6	17,2	4,3
3	2 : 1	17,4	17,04	4,26
4	1 : 1	17,2	16,86	4,22
5	1 : 2	16,95	16,24	4,06
6	1 : 3	16,8	16,2	4,05
7	1 : 4	16,7	16,18	4,04



Gambar 4.3. Pengaruh Perbandingan n heksana dan benzena terhadap rendemen minyak nilam

Perbandingan banyaknya volume n-heksana dengan benzene sebagai pelarut mempengaruhi rendemen minyak yang dihasilkan. Kedua pelarut yang digunakan mempunyai polaritas yang sama. Dari grafik diketahui bahwa rendemen minyak yang dihasilkan dalam berbagai komposisi n-heksana dan benzena tidak semua memperlihatkan perubahan yang signifikan. Pada perbandingan pelarut campuran n-heksan dan benzene dengan perbandingan volume 3:1 diperoleh rendemen minyak yang terbesar, karena jumlah n-heksana dan benzena mencukupi untuk berpenetrasi kedalam bahan sehingga minyak dapat dilarutkan oleh pelarut secara optimal. Dengan demikian bahan yang akan dilarutkan akan mudah larut dalam pelarut. Kemudahan kelarutan bahan dalam pelarut akan memperbesar nilai solubility. Apabila benzena yang digunakan terlalu banyak rendemen minyak akan turun karena benzena tidak hanya melarutkan minyak tetapi juga melarutkan zat lilin, albumin dan zat warna, sedangkan heksana tidak melarutkan zat lilin.

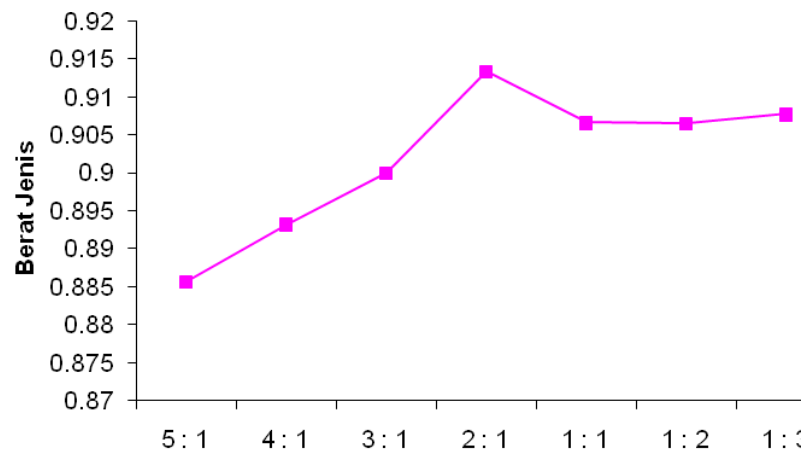
Penggunaan benzena yang terlalu banyak juga tidak efektif dan efisien karena mengakibatkan impuritas yang ikut terlarut semakin banyak dan waktu yang digunakan untuk destilasi (tahap pemurnian pelarut dan minyak nilam) semakin lama, sehingga akan terjadi dekomposisi dari minyak dan impuritas yang diperoleh menyebabkan perubahan sikap dan komposisi minyak nilam sehingga lebih mudah menguap dan akhirnya terkondensasi (Guenther, 1987). Untuk perbandingan berat batang dan daun 2 : 1 dan waktu 150 menit perbandingan volume yang terbaik 3:1.

4.2. Mutu Minyak Nilam yang Dihasilkan

4.2.1. Berat Jenis

Tabel 4.4 Berat Jenis Minyak Nilam dari Uji Pengaruh Perbandingan Berat Batang dan Daun

No.	Perbandingan berat batang & daun (gram/gram)	Berat Jenis hasil penelitian
1	5 : 1	0,8857
2	4 : 1	0,8932
3	3 : 1	0,9000
4	2 : 1	0,9133
5	1 : 1	0,9066
6	1 : 2	0,9065
7	1 : 3	0,9077

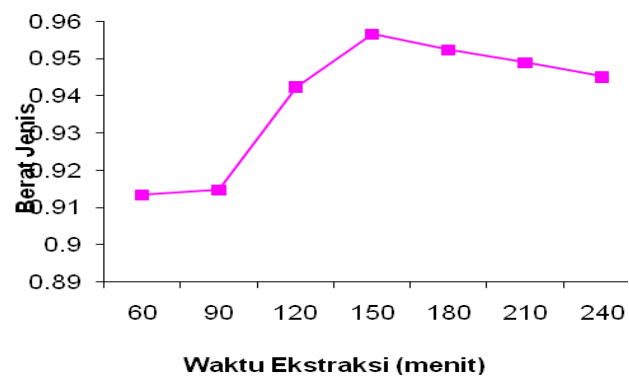


Perbandingan berat batang & daun (gram/gram)

Gambar 4.4 Pengaruh Perbandingan berat batang & daun nilam terhadap Berat Jenis

Tabel 4.5 Berat Jenis Minyak Nilam Terhadap Pengaruh Waktu Ekstraksi

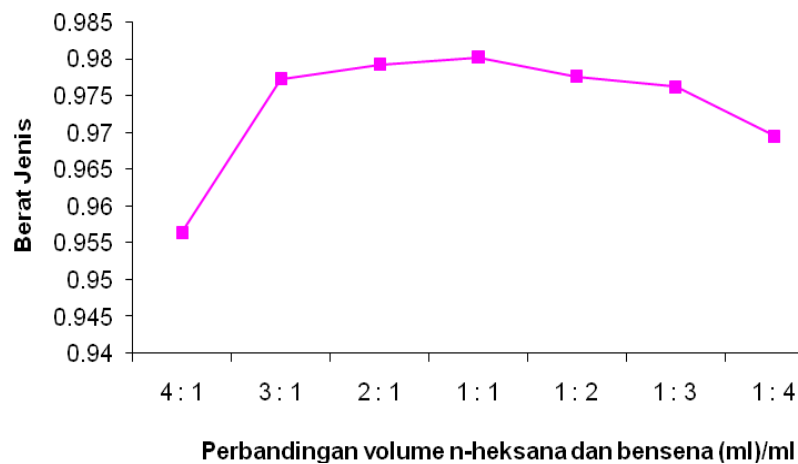
No.	Waktu Ekstraksi	Berat jenis hasil penelitian
1	60	0,9133
2	90	0,9145
3	120	0,9423
4	150	0,9565
5	180	0,9523
6	210	0,9488
7	240	0,9450



Gambar 4.5 Pengaruh Waktu Ekstraksi Terhadap Berat Jenis

Tabel 4.6 Berat Jenis Minyak Nilam Pada Berbagai Perbandingan volume n heksan & benzena

No.	Perbandingan volume n-heksana dan benzena (ml/ml)	Berat Jenis hasil penelitian
1	4 : 1	0,9565
2	3 : 1	0,9773
3	2 : 1	0,9793
4	1 : 1	0,9802
5	1 : 2	0,9776
6	1 : 3	0,9762
7	1 : 4	0,9695



Gambar 4.6. Pengaruh Perbandingan volume n-heksana & benzene terhadap Berat Jenis

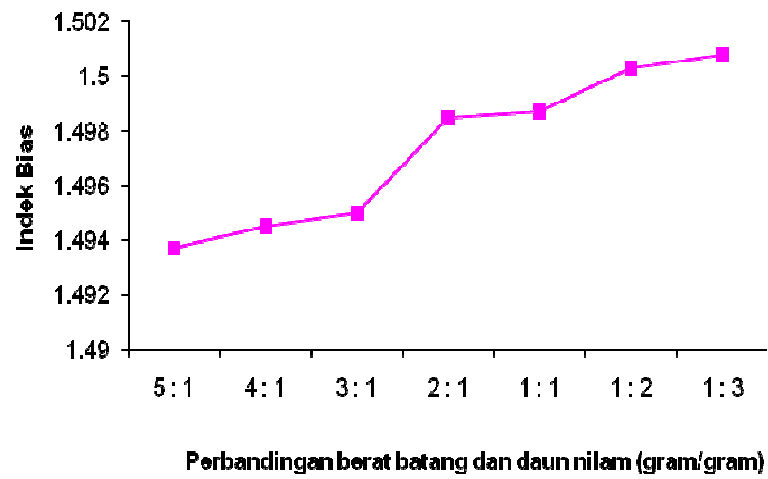
Dari analisa sifat-sifat fisika kimia minyak nilam diperoleh hasil berat jenis yang berbeda-beda dalam berbagai perubahan bahan baku, waktu dan pelarut, Dari grafik terlihat kenaikan jumlah daun, waktu dan benzena sebagai pelarut yang digunakan pada proses ekstraksi menghasilkan kenaikan pada nilai berat jenis pada waktu 60 menit terlihat bahwa berat jenis yang dihasilkan tidak memenuhi Standard Nasional Indonesia (SNI). Lamanya

waktu akan mempermudah penetrasi pelarut kedalam bahan baku, banyaknya daun akan memperbanyak jumlah minyak nilam dan banyaknya benzena akan meningkatkan solubilitas, karena berat jenis semakin meningkat. Dalam kondisi ini komponen-komponen minyak nilam dengan berat molekul kecil dan besar akan ikut terlarutkan. Kelarutan komponen-komponen minyak nilam dengan berat molekul besar berjalan dengan perlahan sebanding dengan kenaikan waktu, daun, dan benzena. Pengaruh kenaikan density memberikan kecenderungan peningkatan kelarutan minyak nilam. Pengaruh bahan baku, waktu dan pelarut berkorelasi positif pada berat jenis minyak nilam, semakin tinggi berat jenis menunjukkan minyak memiliki kualitas yang baik (Guenther, 1987).

4.2.2. Indeks Bias

Tabel 4.7 Indeks Bias Minyak Nilam Pada Berbagai Perbandingan Berat Batang dan Daun

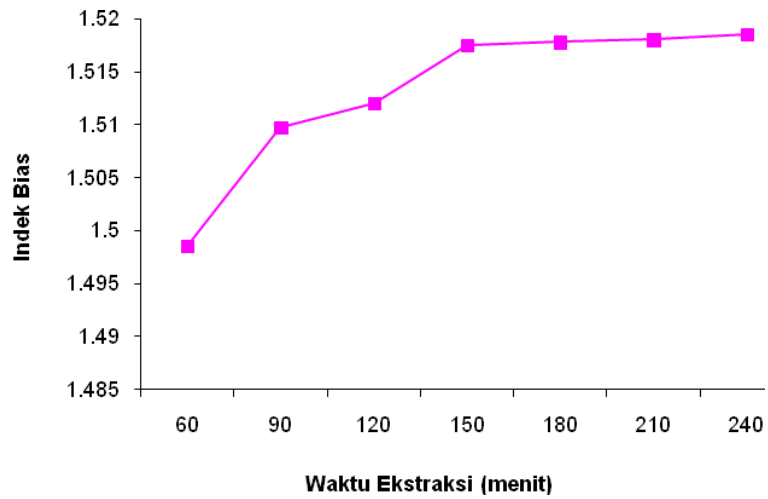
No.	Perbandingan berat batang dan daun (gram/gram)	Indeks Bias hasil penelitian
1	5 : 1	1,4937
2	4 : 1	1,4945
3	3 : 1	1,4950
4	2 : 1	1,4985
5	1 : 1	1,4987
6	1 : 2	1,5003
7	1 : 3	1,5008



Gambar 4.7 Berbagai Perbandingan berat batang dan daun nilam terhadap Indeks Bias

Tabel 4.8 Indeks Bias Minyak Nilam Terhadap Pengaruh Waktu Ekstraksi

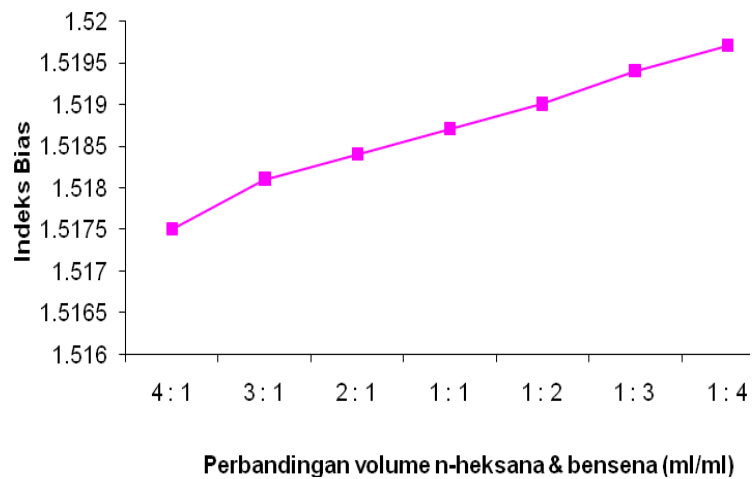
No.	Waktu Ekstraksi	Indeks Bias hasil penelitian
1	60	1,4985
2	90	1,5097
3	120	1,5120
4	150	1,5175
5	180	1,5178
6	210	1,5180
7	240	1,5185



Gambar 4.8. Pengaruh Waktu Ekstraksi terhadap Indek Bias

Tabel 4.9 Indeks Bias Minyak Nilam Pada Berbagai Perbandingan volume n heksana & benzene

No.	Perbandingan volume n-heksana dan benzene (ml/ ml)	Indeks Bias hasil penelitian
1	4 : 1	1,5175
2	3 : 1	1,5181
3	2 : 1	1,5184
4	1 : 1	1,5187
5	1 : 2	1,5190
6	1 : 3	1,5194
7	1 : 4	1,5197



Gambar 4.9 Berbagai Perbandingan volume n-heksana dan benzena terhadap indeks bias

Indeks bias digunakan untuk pengujian kemurnian minyak nilam, dari hasil analisa diperoleh indeks bias yang berbeda-beda. Pada pengaruh waktu ekstraksi ($t=60$ menit) indeks bias yang dihasilkan semuanya tidak memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI), lamanya waktu proses ekstraksi akan meningkatkan nilai indeks bias hal ini disebabkan karena semakin lama waktu proses ekstraksi, maka semakin banyak komponen fraksi berat yang terekstraksi sehingga indeks bias minyak semakin besar. Indeks bias akan meningkat pada minyak nilam yang memiliki komponen penyusun dengan rantai karbon panjang dan juga dengan terdapatnya sejumlah ikatan rangkap. (Nainggolan, 2002), semakin tinggi Indeks Bias menunjukkan minyak memiliki kualitas yang baik (Guenther, 1987).

Tabel 4.10. Analisa Produk hasil percobaan didapat pada kondisi terbaik

Perbandingan Batang & Daun (gram)	Waktu (menit)	Perbandingan n-heksana & Bensena (ml)	Berat Jenis	Indeks Bias	Kadar Patchouli Alkohol (%)	Rendemen (%)
2 : 1	150	3 : 1	0,9773	1,5181	32 %	4,3

Pada tabel 4.10 minyak yang dihasilkan dengan pelarut campuran normal heksana dan benzena memenuhi spesifikasi mutu minyak nilam dari besarnya indeks bias, berat jenis dan kadar *Patchouli Alcohol*, yang diperoleh menunjukkan bahwa pelarut campuran normal heksana dan benzena secara kualitas dapat digunakan untuk mengekstraksi minyak nilam.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Pemrosesan batang dan daun nilam menjadi minyak nilam dengan cara ekstraksi dan destilasi menggunakan pelarut campuran normal heksana dan benzena dapat meningkatkan kualitas minyak nilam pada kondisi operasi:

- Waktu ekstraksi 150 menit
- Perbandingan berat batang dan daun 2 : 1
- Perbandingan volume normal heksana dan benzena 3 : 1
- Perbandingan umpan dengan *solvent* 0,067 gr/ml

Menghasilkan minyak nilam dengan kualitas yang sesuai dengan Standard Nasional Indonesia (SNI) dengan berat jenis sebesar 0,9773 dan indek bias 1,5181 serta kandungan *patchouli alcohol* 32 % dan rendemen 4,3 %.

5.2. Saran

Penelitian yang dilakukan baru pada tahap optimasi yaitu menentukan perbandingan berat batang dan daun, perbandingan volume pelarut dan waktu ekstraksi terbaik untuk menentukan rendemen dan mutu minyak nilam. Disarankan untuk penelitian lanjutan memurnikan lebih lanjut minyak nilam supaya kandungan *patchouli alkoholnya* lebih meningkat.

BAB VI

RINGKASAN

Nilam (*pogostemon cablin benth*) adalah suatu tanaman semak yang hidup di daerah tropis. Kualitas nilam tergantung pada jenis, sifat tanah, iklim dan cara penanamannya. Proses produksi minyak nilam umumnya menggunakan cara penyulingan. Minyak nilam tergolong kedalam minyak atsiri dengan komponen utama *patchouli alkohol*. Batang, daun dan akar nilam mengandung minyak ini, minyak nilam berwarna kuning jernih dan memiliki bau yang khas dan sulit dihilangkan, karena sifat aromanya yang kuat minyak nilam banyak digunakan pada industri parfum dan kosmetik. Minyak nilam merupakan komoditi ekspor, Indonesia adalah pemasok minyak nilam dunia (90%) sehingga minyak nilam mempunyai prospek yang cukup baik untuk dikembangkan.

Dalam penelitian ini untuk pengambilan minyak nilam dari batang dan daun menggunakan metode ekstraksi destilasi sebagai pelarut digunakan campuran normal heksana dan benzena, metode ini meliputi tiga tahap yaitu ekstraksi untuk menghasilkan minyak, destilasi untuk memisahkan minyak dengan pelarutnya dan uji kualitas meliputi berat jenis, indeks bias dan kadar *patchouli alkohol*. Kondisi optimum diperoleh pada perbandingan jumlah berat batang dan daun 2:1, perbandingan volume pelarut n heksana dan benzene 3:1 dan waktu 150 menit.

Banyaknya batang berpengaruh kepada kualitas minyak nilam, sedangkan komposisi pelarut dan lamanya waktu mempengaruhi besarnya rendemen. Hasil penelitian ini rendemen 4,3% dan kandungan PA 32 %.

DAFTAR PUSTAKA

- Brown, GG, 1984, *Unit Operation Modern Asia. Edition*. John Wiley and Son, Inc, New York.
- Corinne, B, 2004. *Analysis of Essential oil of Indonesien Patchoulli using GC*. Journal of essential oil research
- Donelian, A, L.H.C, Carlson, TJ Lopes, RAF, Machado, 2009, *Comparison of Ekstraktion of Patchouli (Pogostemon Cablin), Essensial Oil With Supercritikal CO₂ and by Steam Destilation*. The Journal of Supercritikal Fluid, Volume 48, Issue I, February, 2009, page 15-20.
- Geankoplis, GJ, 1983, *Transport Process and Unit Operation*, Second Edition, Allyn and Bacon, Inc, Boston, London, Sydney, Toronto..
- Grieve M, 2002. A. *Modern Herbal Patchoulli*. www.Botanical.com.
- Guenther, E, 1987. *Minyak Atsiri*. Diterjemahkan oleh R.S. Ketaren dan R. Mulyono. Jakarta, UI Press.
- Gunawan, W, 2009, *Kualitas dan Nilai Minyak Atsiri, Implikasi Pada Pengembangan Turunannya*. Makalah disampaikan pada Seminar Nasional dengan tema: Kimia Bervisi SETS (Science, Environment, Technology, Society) Kontribusi Bagi Kemajuan Pendidikan dan Industri, diselenggarakan Himpunan Kimia Indonesia Jawa Tengah, pada tanggal 21 Maret 2009, di Semarang.
- Heidolph Instruments, GmbH & CoKG, *Vertrieb Labor Technik, Walpersdorfer str 12. 91126 Schwabach/Germany*.
- HSDB, 1999, *Bank Data Hazardous Substances National Library of Medicine*, Bethesda, Maryland. [www.database \(http://sis.nlm.nih.gov/sis.l\)](http://sis.nlm.nih.gov/sis.l)
- Mamun, 2008. *Pemurnian minyak nilam dan minyak daun cengkeh secara kompleksometri*. Jurnal penelitian tanaman industri . Balai penelitian tanaman obat dan aromatik.
- Manurung ,T..2010. Ketua Umum Asosiasi Eksportir Minyak Atsiri Indonesia (The Indonesian Essential Oil Trade Association/Indessota)
- Muliawati, Rini C, 2009. *Penelitian Minyak Atsiri dari Nilam Dengan Metode Destilasi Air dan Destilasi Air Uap*. Institut Teknologi Surabaya.
- Mustika, 2009. *Pengaruh Metode Destilasi dan Komposisi Bahan Baku Terhadap Jumlah Rendemen serta Mutu Minyak Nilam*. Institut Teknologi Surabaya.

- Nainggolan R, 2002. *Pemisahan Komponen Minyak Nilam (Pogostemon Cablin Benth) dengan Teknik Distilasi Fraksinasi Vakum* Penelitian. IPB Bogor.
- Nuryani, Y. Emmyzar, Wahyudi. 2007. *Nilam Perbenihan dan Budidaya Pendukung Varietas Unggul*. Pusat Penelitian dan Pengembangan Perkebunan.
- Panji L, Yuliani S, 2005. *Teknologi Ekstraksi Minyak Nilam* . BB Pasca panen.
- Sarifudin, A. 2009. *Peningkatan Budidaya dan Produksi Pengolahan Minyak Nilam di Desa dan Agro Industri Skala Kecil Menengah*. IPB Bogor.
- Standard Nasional Indonesia, 1998. *Spesifikasi Persyaratan Mutu Minyak Nilam*.
- Soeparman S, Jatmiko P, 2009. *Kinerja Ekstraksi Biji Jarak Pagar Dengan Proses Pelarutan (Solvent Extraction)* Universitas Brawijaya Malang.
- Sulaswaty, Wuryaningsih A, 2001. *Teknologi Ekstraksi Dan Pemurnian Atsiri Sebagai Bahan Baku Flavor Dan Fragrance* . Pusat peneliti kimia LIPI, Serpong.
- Sufriadi E, Mustanis, 2004. *Strategi Pengembangan Menyeluruh Terhadap Minyak Nilam Di Aceh*. Perkembangan Teknologi TRO vol XVI, No 2
- Treybal, R. E., 1981. *Mass Transfer Operation*. Third Edition. Mc Graw. Hill Book Company. London, Sydney. Tokyo.
- Wibowo A, Sudi Y. 2004. *Ekstraksi Minyak Nilam Dengan Pelarut Normal Heksana*. Universitas Diponegoro. Semarang.
- Widiatmoko, 2009. *Pengaruh Metode Destilasi Terhadap Hasil Kuantitatif Dan Kadar Patchouli Alkohol dari Tanaman Nilam*. Institut Teknologi Surabaya.