

LAPORAN AKHIR
Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi



**Upaya Peningkatan Nilai Ekonomi Minyak Nilam Jawa Timur Melalui
Derivatisasi Komponen Utama Sebagai Bahan Baku Obat dan
Kosmetik**

Tahun ke 1 (satu) dari rencana 3 (tiga tahun) tahun

Dr. Edi Priyo Utomo, Drs., MS. (0027125706)
Dr. Nurdiana, dr., MS (0015105503)
Drs. Warsito, MS (0012075909)
Wa Ode Cakra Nirwana, ST., MT. (0725028202)

Dibiayai oleh :
Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi,
Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan, Melalui DIPA Universitas Brawijaya
Nomor : DIPA-023.04.2.414989/2013, Tanggal 5 Desember 2012, dan berdasarkan
SK Rektor Universitas Brawijaya Nomor : 153/SK/2013 tanggal 28 Maret 2013

UNIVERSITAS BRAWIJAYA
November, 2013

HALAMAN PENGESAHAN

Judul : Upaya Peningkatan Nilai Ekonomi Minyak Nilam Jawa Timur
Peneliti/Pelaksana : Melalui Derivatisasi Komponen Utama Sebagai Bahan Baku Obat dan Kosmetik

Nama Lengkap : Dr. Drs. Edi Priyo Utomo, MS
NIDN : 0027125706
Jabatan Fungsional : Lektor Kepala
Program Studi : Kimia
Nomor HP : 08123315305
Alamat surel (e-mail) : edipu2000@yahoo.com

Nama Lengkap : Dr. Nurdiana, MS
NIDN : 0015105503
Perguruan Tinggi : Universitas Brawijaya

Nama Lengkap : Dr. Warsito, MS
NIDN : 0012075909
Perguruan Tinggi : Universitas Brawijaya

Nama Lengkap : Wa Ode Cakra Nirwana, SSI, MT
NIDN : 0725028202
Perguruan Tinggi : Universitas Brawijaya
Perguruan Tinggi : tidak ada
Institusi Mitra (jika ada) :
Nama Institusi Mitra : tidak ada
Alamat : tidak ada
Penanggung Jawab : tidak ada
Tahun Pelaksanaan : Tahun ke1 (satu) dari rencana 3 (tiga) tahun
Biaya Tahun Berjalan : : Rp. 275.000.000,-
Biaya Keseluruhan : : Rp 870.000.000,-
:

Malang, 21 November 2013

Mengetahui,
Dekan/Ketua

(Prof.Dr. Marjono, MPhil)
NIP. 19611116 198803 1 004

Ketua,

(Dr. Edi Priyo Utomo, MS)
NIP. 19571227 198603 1 003

Menyetujui,
Pjs. Ketua LPPM UB

(Prof.Dr.Ir.Siti Chuzaemi,MS)
NIP.19530514 198002 2 001

Abstrak

Upaya Peningkatan Nilai Ekonomi Minyak Nilam Jawa Timur Melalui Derivatisasi Komponen Utama Sebagai Bahan Baku Obat dan Kosmetik

Oleh :

Edi Priyo Utomo¹, Nurdiana², Warsito¹, dan Wa Ode Cakra Nirwana³

- 1. Fakultas MIPA Universitas Brawijaya**
- 2. Fakultas Kedokteran Universitas Brawijaya**
- 3. Fakultas Teknik Universitas Brawijaya**

Telah dilakukan pemisahan dan pemurnian komponen-komponen minyak nilam dengan dua metoda yaitu metode ekstraksi fluida superkritik CO₂ (SCFE) dan metoda destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. Penelitian SCFE dilakukan dengan memvariasi tekanan ekstraktor (Pe) gas CO₂ pada 1200, 1700 dan 2200 psi dan tekanan separator (Ps) konstan pada 500 psi, sedangkan suhu pada 35°, 40° dan 45°C. Kecepatan alir gas CO₂ 5.5 ml/menit masuk kedalam chiller pada suhu 5°C. Sedangkan metoda destilasi fraksinasi pengurangan tekanan dengan variasi refluks ratio pada 10/1 dan 10/10 dan volume penampungan destilat berdasarkan %area setiap komponen dan waktu retensi pada *total ion chromatogram* (TIC) pada hasil analisis GC-MS.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa dengan metode SCFE cenderung tidak meningkatkan kandungan patchouli alcohol secara signifikan tetapi menghasilkan ekstrak-ekstrak minyak yang lebih bersih dari kontaminan yang tidak terekstrak oleh fluida CO₂. Peningkatan kadar patchouli alcohol sebagai komponen utama efektif terjadi pada tekanan tinggi, walaupun pada tekanan ini fluida CO₂ tidak selektif lagi. Adapun metoda distilasi fraksinasi dengan pengurangan tekanan telah berhasil dipisahkan komponen-komponen minyak dalam beberapa fraksi antara lain patchoulene, guaiena dan patchouli alcohol berturut-turut dengan kadar 47%, 89% dan 98%, dengan rendemen rata-rata 7 – 10%

Kata kunci : Ekstraksi Fluida superkritik (SCFE) , destilasi fraksinasi pengurangan tekanan, minyak nilam, patchouli alcohol, patchoulen dan guaiene

Efforts to Increase Economic Value of East Java Patchouli Oil through Derivatization of Main Components For Drug and Cosmetic Raw Materials

Abstract

Separation and purification of patchouli oil components have been performed by using the method of supercritical CO₂ fluid extraction (SCFE) and fractionation distillation under reduced pressure . SCFE experiments conducted by varying the extractor pressure (Pe) of CO₂ at 1200 , 1700 and 2200 psi and separator pressure (Ps) constant at 500 psi , while the temperature at 35° , 40° and 45°C. CO₂ gas flow rate of 5.5 ml /minute put into the chiller at a temperature of 5°C . Fractionation distillation under reduced pressure with a variation of reflux ratio at 10/1 and 10/10 and time of distillate collection (fraction) at certain temperature based on % area and retention time of each component in the total ion chromatogram (TIC) on the results of the GC - MS analysis .

The results of the experiment showed that the method SCFE tend not increase significantly the content of patchouli alcohol but the extract of patchouli oil are cleaner than raw material that are not extracted by CO₂ fluid . Increased levels of patchouli alcohol as a major component patcholuli effectively occur at high pressure , although at this condition CO₂ fluid no longer selective to separate the components. The method of fractionation distillation at reduced pressure has been successfully separated oil components in several fractions , among others patchoulene , guaiene and patchouli alcohol levels at 47 % , 89 % and 98 % , respectively with an average yield of 7-10 %.

Key words ; Supercritical CO₂ Fluid Extraction, Fractionation distillation under reduced pressure, patchouli oil, patchoulene, guaiene and patchoulene.

Ringkasan

Minyak nilam mengandung merupakan minyak atsiri yang mengandung berbagai komponen terpenoid yang tekanan uapnya bervariasi. Titik didih minyak nilam yang relatif tinggi serta cenderung nonpolar maka minyak nilam ini seringkali digunakan sebagai bahan fiksatif. Adapun komponen-komponen minyak nilam dapat digunakan sebagai bahan dasar parfum, kosmetik, obat-obatan dan insektisida nabati. Namun nilai ekonomi yang cukup tinggi ini tidak diolah dan dikembangkan secara optimal di Indonesia. Bahkan meskipun Indonesia merupakan pemasok utama minyak nilam dunia, justru Indonesia lebih suka mengekspor dalam bentuk minyak daripada dalam bentuk komponen-komponennya. Padahal nilai ekonomi penjualan komponen minyak nilam jauh lebih menguntungkan daripada minyak nilamnya sendiri. Hal ini disebabkan teknologi pemisahan minyak nilam di Indonesia belum dikuasai sepenuhnya, peralatan masih import dan standard operasi pemisahan komponen belum ditetapkan.

Oleh karena itu dalam penelitian ini, dilakukan pemisahan komponen-komponen minyak nilam hasil penyulingan Tim PHKI Tema C UB dengan menggunakan metoda supercritical fluide extraction dengan variasi tekanan gas CO₂ dan suhu ekstraktor. Variasi tekanan ekstraktor (Pe) gas CO₂ pada 1200, 1700 dan 2200 psi dan tekanan separator (Ps) konstan pada 500 psi, sedangkan suhu pada 35°, 40° dan 45°C. Kecepatan alir gas CO₂ 5.5 ml/menit masuk kedalam chiller pada suhu 5°C. Selanjutnya metode pemisahan ini dibandingkan efektifitas pemisahan komponen-komponen minyak dengan menggunakan metode destilasi fraksinasi pengurangan tekanan dengan variasi refluks ratio pada 10/1 dan 10/10 dan volume penampungan destilat berdasarkan %area setiap komponen dan waktu retensi pada *total ion chromatogram* (TIC) pada hasil analisis GC-MS.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa dengan metode SCFE cenderung tidak meningkatkan kandungan patchouli alcohol secara signifikan tetapi menghasilkan ekstrak-ekstrak minyak yang lebih bersih dari kontaminan yang tidak terekstrak oleh fluida CO₂. Peningkatan kadar patchouli alcohol sebagai komponen utama efektif terjadi pada tekanan tinggi, walaupun pada tekanan ini fluida CO₂ tidak selektif lagi. Adapun metoda destilasi fraksinasi dengan pengurangan tekanan telah berhasil dipisahkan komponen-komponen minyak dalam beberapa fraksi antara lain patchoulene, guaiena dan patchouli alcohol berturut-turut dengan kadar 47%, 89% dan 98%, dengan rendemen rata-rata 7 – 10%

Summary

Patchouli oil contains a volatile oil with various terpenoids component which their vapor pressure varies . Patchouli oil boiling point is relatively high and itnonpolar, therefor the patchouli oil is often used as a fixative . The components of patchouli oil can be used as a base for perfumes , cosmetics , pharmaceuticals and plant-based insecticides. However, the economic value is not high enough and developed optimally processed in Indonesia . Even though Indonesia is the world's main supplier of patchouli oil , Indonesia prefer to export patchouli oil in the form of oil rather than in terms of components or their derivates . Though the economic value of the individual component of patchouli oil or their derivates is far more profitable than the oil itself. This is due to the patchouli oil separation technology in Indonesia is not yet fully mastered , the equipment is still imported and standard component separation operation has not been established.

Therefore, in this study , separation of components of patchouli oil which distilled by farmer at Kesamben district of Blitar Regency has been carried out. Fluide using supercritical extraction method with variations in pressure and temperature of CO₂ gas extractor . The extractor pressure variation (Pe) of CO₂ at 1200 , 1700 and 2200 psi and separator pressure (Ps constant at 500 psi , while the temperature at 35° , 40° and 45°C . CO₂ gas flow rate of 5.5 ml / minute put into a chiller at a temperature of 5°C. Furthermore, this separation method compared the effectiveness of the separation of oil components using method of fractionation distillation under reduced pressure with a variation of reflux ratio at 10/1 and 10/10 and distillate reservoir volume by % area and retention time of each component in the total ion chromatogram (TIC) on results of GC - MS analysis.

The results showed that the method SCFE tend not increase significantly the content of patchouli alcohol but produces oil extracts are cleaner than contaminants that are not extracted by CO₂ fluid . Increased levels of alcohol as a major component patcholuli effectively occur at high pressure , although at this tekakan CO₂ fluid no longer selective. The method of fractionation distillation at reduced pressure has been successfully separated oil components in several fractions , among others patchoulene , guaiena and patchouli alcohol levels in a row with 47 % , 89 % and 98 % , with an average yield of 7-10 %

Prakata

Alhamdulillah Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi (U) dengan judul Upaya Peningkatan Nilai Ekonomi Minyak Nilam Jawa Timur Melalui Derivatisasi Komponen Utama Sebagai Bahan Baku Obat dan Kosmetik, telah dilaksanakan hingga tuntas dari semua pekerjaan yang harus diselesaikan. Untuk itu ucapan terimakasih kami sampaikan kepada :

1. Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Brawijaya yang telah mendukung pelaksanaan penelitian ini serta diberikan waktu untuk menuntaskan eksplorasi data penelitian hingga selesai.
2. Rektor Universitas Brawijaya yang telah memberikan kesempatan kepada kami untuk mengembangkan dan melaksanakan topic riset unggulan perguruan tinggi Universitas Brawijaya
3. Dekan Fakultas MIPA Universitas Brawijaya yang telah memberikan fasilitas laboratorium untuk melaksanakan penelitian ini.
4. Dirjen DIKTI Kementerian dan Kebudayaan Republik Indonesia telah mendanai penelitian ini melalui Program Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi (U).

Semoga penelitian ini dapat terselesaikan dengan baik dan menghasilkan luaran berupa artikel jurnal, buku ajar dan membantu mahasiswa S1 dan S2 dalam mempercepat penyelesaian tugas akhir mereka.

Malang, 21 November 2013

Penulis

DAFTAR ISI

	halaman
HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
RINGKASAN	v
SUMMARY	vi
PRAKATA	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	4
BAB 3. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	12
BAB 4. METODE PENELITIAN	13
BAB 5. HASIL DAN PEMBAHASAN	19
BAB 6. RENCANA TAHAPAN BERIKUTNYA (untuk laporan tahunan)	40
BAB 7. KESIMPULAN DAN SARAN	42
DAFTAR PUSTAKA	43
LAMPIRAN	45

DAFTAR TABEL

		halaman
Tabel 2.1.	Kandungan Minyak Nilam	5
Tabel 2.2.	Standar mutu Minyak Nilam	8
Tabel 4.1	Rancangan percobaan ekstraksi suprkritik.	14
Tabel 4.2.	Volume Penampungan Fraksi Minyak Nilam.	16
Tabel 4.3.	Titik didih komponen-komponen dalam minyak nilam ditentukan dengan Nomogram pada tekanan 760 mmHg dan 1 mmHg	17
Tabel 5.1.	Sifat fisiko-kimia minyak nilam Kesmben sebelum diperlakukan ekstraksi SCF dan destilasi pengurangan tekanan.	20
Table 5.2	Perbandingan komposisi Ekstrak SCE 4, 8, 12 dan 16	22
Table 5.3	Fraksi 1.1 ditampung pada suhu $T_{\text{head}} 75.2 - 86^{\circ}\text{C}$ dan $T_{\text{flask}} 124.5 - 133.6^{\circ}\text{C}$ tekanan 0 – 1 mbar, refluks ratio pada 10/1 selama 68 menit	29
Tabel 5.4	Rendemen Fraksi Minyak Nilam Hasil destilasi Fraksinasi Vakum dengan refluks rasio 10/1	30
Tabel 5.5	Rendemen Fraksi Minyak Nilam Hasil destilasi Fraksinasi Vakum dengan refluks rasio 10/10	55
Tabel 5.6.	Profil distribusi komponen dalam fraksi hasil distilasi minyak bertekanan 0 – 1 mbar dan refluks rasio 10/1.	36
Tabel 5.7.	Profil distribusi komponen dalam fraksi hasil distilasi minyak bertekanan 0 – 1 mbar dan refluks rasio 10/10	35

DAFTAR GAMBAR

	halaman
Gambar 2.1.	Skema Ekstraksi Fluida Superkritik (Sulaswatty, 2003) 9
Gambar 2.2.	Diagram hubungan tekanan dan suhu gas CO ₂ 10
Gambar 2.3.	Rangkaian Alat destilasi fraksinasi vakum (Nurhasanah , 2001) 11
Gambar 5.1	Minyak nilam hasil penyulingan petani Kesamben Blitar 19
Gambar 5.2.	Profil kromatogram GC-MS minyak nilam sebelum perlakuan. 20
Gambar 5.3	Pengaruh suhu dan tekanan ekstraksi pada rendemen minyak yang ditampung pada setiap interval waktu 21
Gambar 5.4.	Profil kromatogram komponen minyak nilam setelah dipisahkan dengan metoda SCFE 22
Gambar 5.5.	Kromatogram GC-MS minyak nilam sebelum dipisahkan dengan SFCE 23
Gambar 5.6 .	Pengaruh tekanan ekstraktor terhadap perubahan komposisi dari komponen-komponen minyak nilam 23
Gambar 5.7 .	Pengaruh suhu ekstraktor terhadap perubahan komposisi dari komponen-komponen minyak nilam. 24
Gambar 5.8.	Profil indeks bias fraksi-fraksi pada berbagai suhu penampungan distilat pada refluks ratio 10/1 26
Gambar 5.9.	Profil indeks bias fraksi-fraksi pada berbagai suhu penampungan distilat pada refluks ratio 10/10 28
Gambar 5.10.	Fraksi Terhadap Berat Jenis pada Refluk rasio 10/1 27
Gambar 5.11..	Fraksi Terhadap Berat Jenis pada Refluk rasio 10/10 28
Gambar 5.12.	Profil kromatogram GC-MS fraksi 1.1 yang dikumpulkan pada T _{head} 75.2 -86°C dan T _{flask} 124.5 – 133.6°C 29
Gambar 5.13.	Rendemen β-patchoulen yang terkumpul pada batch 1, 2, 3 dan 4 pada refluks rasio 10/10 dan 10/1 32
Gambar 5.14.	Rendemen δ-guaien dalam Setiap Batch pada Refluk Rasio 10/10 dan 10/1 32
Gambar 5.15.	Rendemen Patchouli Alcohol dalam batch 1,2,3 dan 4 pada refluks Rasio 10/10 dan 10/1 33
Gambar 5.16.	Kromatogram GC-MS dari residu distilat 34
Gambar 5.17.	Kadar β-patchoulen dalam setiap Batch pada refluks rasio 10/1 dan 10/10 36

Gambar 5.18.	Kadar δ -guaien dalam setiap Batch pada refluks rasio 10/1 dan 10/10	37
Gambar 5.19.	Kadar Patchouli Alkohol dalam setiap Batch pada Refluks Rasio 10/1 dan 10/10	38
Gambar 5.20.	Pengaruh lama penampungan fraksi terhadap kadar komponen patchoulen, guaien dan patchouli alkohol	39
Gambar 5.21	Produk-produk hasil penelitian tahap 1 sebagai bahan dasar sintesis rencana tahap penelitian selanjutnya.	40

DAFTAR LAMPIRAN

		halaman
Lampiran 1	Instrumentasi Ekstraksi Fluida Superkritik dan data-data hasil percobaan	45
Lampiran 2	Data-data hasil percobaan Distilasi Fraksinasi pengurangan tekanan dan data-data hasil percobaan	48
Lampiran 3	Personalia Tenaga Peneliti dan Kualifikasinya	54
Lampiran 4	HKI dan publikasi	