

Standard of Operation Procedure (SOP)

Kegiatan : Good Development Practice

Sub Kegiatan : Metoda Pengujian Kualitas Minyak Nilam

1. Penyulingan Minyak Nilam

- a. Daun nilam ditimbang dalam keadaan basah ($W_{01}, W_{02}, W_{03}, \dots$)
- b. Daun Nilam dikeringkan secara dihamparkan dibawah sinar matahari (W_1, W_2, W_3, \dots)
- c. Kadar air yang menguap dihitung berdasarkan rumus :
$$\text{Kadar air menguap (\%)} = (W/W_0 \times 100\%)$$
- d. Diambil sejumlah berat tertentu daun nilam kering matahari, dimasukkan ke dalam cawan porselin yang sudah diketahui berat kosongnya, kemudian ditimbang berat totalnya ($D_{01}, D_{02}, D_{03}, \dots$). Selanjutnya dioven pada suhu 105°C selama 5 menit
- e. Daun Nilam kering dimasukkan ke dalam desikator hingga dingin, ditimbang lagi hingga diperoleh berat konstan (D_1, D_2, D_3, \dots)
- f. Hitung kadar air sisa dalam daun siap suling dengan rumus
$$\text{Kadar air dalam daun kering} = (D_0 - D_1/D_0) \times 100\%$$
- g. Selanjutnya timbang sebanyak ± 0.5 kg daun kering masukkan ke dalam alat distilasi kapasitas dengan ukuran diameter 40 cm x tinggi 20 cm, yang dilengkapi dengan pendingin, penampung minyak dan suplai air
- h. Tamping distilat dalam penampung (corong pisah).
- i. Pisahkan lapisan minyak dan ukur berat dan volumenya.
- j. Hitung rendemen minyak yang diperoleh dengan rumus :
$$\text{Rendemen (\% w/w)} = (\text{berat minyak/berat daun}) \times 100\%$$

2. Analisis Sifat Fisiko-Kimia Minyak Nilam (berdasarkan **SNI 06-2385-2006**)

2.1 Warna Minyak

Amati warna minyak nilam secara visual dalam sebuah tabung ukuran 20 ml dengan latar belakang warna putih.

2.2 Berat Jenis

- a. Cuci dan bersihkan piknometer, kemudian basuh berturut-turut dengan etanol dan dietil eter.
- b. Keringkan bagian dalam piknometer tersebut dengan aliran udara kering dan sisipkan tutupnya.
- c. Biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 30 menit dan timbang (m).
- d. Isi piknometer dengan air suling sambil menghindari adanya gelembung-gelembung udara.
- e. Celupkan piknometer ke dalam penangas air pada suhu $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ selama 30 menit. Sisipkan penutupnya dan keringkan piknometernya.
- f. Biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 30 menit, kemudian timbang dengan isinya (m_1).
- g. Kosongkan piknometer tersebut, cuci dengan etanol dan dietil eter, kemudian keringkan dengan arus udara kering.
- h. Isilah piknometer dengan contoh minyak dan hindari adanya gelembung-gelembung
- i. udara.
- j. Celupkan kembali piknometer ke dalam penangas air pada suhu $k) 25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ selama 30 menit. Sisipkan tutupnya dan keringkan piknometer tersebut.
- k. Biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 30 menit dan timbang (m_2).

Analisis Hasil

$$\text{Bobot jenis} = d_{25}^{25} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m}$$

Keterangan:

m adalah massa piknometer kosong (g);

m_1 adalah massa, piknometer berisi air pada 25°C (g);

m_2 adalah massa, piknometer berisi contoh pada 25°C (g).

2.3 Indeks Bias

- a. Alirkan air melalui refraktometer agar alat ini berada pada suhu dimana pembacaan akan dilakukan
- b. Suhu tidak boleh berbeda lebih dari $\pm 2^{\circ}\text{C}$ dari suhu referensi dan harus dipertahankan dengan toleransi $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$;
- c. Sebelum minyak ditaruh di dalam alat, minyak tersebut harus berada pada suhu yang sama dengan suhu dimana pengukuran akan dilakukan;
- d. Pembacaan dilakukan bila suhu sudah stabil

Analisis Hasil :

$$\text{Indeks bias } n_D^t = n_D^{t_1} + 0.0004 (t_1 - t)$$

Keterangan:

t_1 adalah pembacaan yang dilakukan pada suhu pengerjaan t_1 .

t adalah pembacaan yang dilakukan pada suhu pengerjaan t .

0,0004 adalah faktor koreksi untuk indeks bias minyak nilam setiap derajat

2.4 Kelarutan

- a. Tempatkan 1 ml contoh minyak dan diukur dengan teliti di dalam gelas ukur yang berukuran 10 ml atau 25 ml.
- b. Tambahkan etanol 90 %, setetes demi setetes. Kocoklah setelah setiap penambahan sampai diperoleh suatu larutan yang sebening mungkin pada suhu 20°C .
- c. Bandingkanlah kekeruhan yang terjadi dengan kekeruhan larutan pembanding, melalui cairan yang sama tebalnya, bila larutan tersebut tidak bening

Larutan pembanding (dibuat baru)

Dengan menambahkan 0,5 ml larutan perak nitrat (AgNO_3) 0,1 N ke dalam 50 ml larutan natrium khlorida (NaCl) 0,0002 N dan dikocok. Tambahkan satu tetes asam nitrat (HNO_3) encer (25 %) dan amati setelah 5 menit.

Lindungi terhadap sinar matahari langsung.

Analisis Hasil :

Larutan membentuk suatu larutan jernih atau opalesensi ringan, apabila ditambahkan etanol sebanyak maksimum sepuluh kali volume contoh.

2.5 Angka Asam

- Timbang $4g \pm 0,05 g$ contoh minyak, larutkan dalam 5 ml etanol netral pada labu saponifikasi.
- Tambahkan 5 tetes larutan fenolftalein sebagai indikator.
- Titrasikan larutan tersebut dengan larutan kalium hidroksida 0,1 N sampai warna merah muda

Analisis Hasil :

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

Keterangan

56,1 adalah bobot setara KOH;

V adalah volume larutan KOH yang diperlukan (ml);

N adalah normalitas larutan KOH (N);

m adalah massa contoh yang diuji.

2.6 Angka ester

Ke dalam contoh minyak yang dianalisis ditambahkan 25 ml KOH 0,5 N (dibuat dalam Alkohol 96%) kemudian dipanaskan hingga mendidih selama 1,5 jam, didinginkan lalu dititrasikan dengan HCl 0,5 N hingga warnanya berubah (warna merah hamper pudar).

$$\text{Bilangan ester} = \frac{(\text{blanko} - \text{contoh}) \text{ ml} \times N \times 56,1}{g \text{ contoh}}$$

Dimana :

V_{blanko} = volume HCl 0.5 N yang dibutuhkan untuk mentitrasikan alkohol 96%

V_{contoh} = Volume HCl 0.5 N yang dibutuhkan untuk mentitrasikan contoh

N = normalitas HCl

G = berat contoh minyak yang dianalisis

2.7 Analisis Kadar Patchouli alcohol (PA) minyak Nilam

- a. Buat kurva kalibrasi PA dengan melarutkan minyak nilam yang sudah diketahui konsentrasi PAnya dalam n-heksana sehingga memperoleh kadar 1%, 2%, 3%, 4%, 5% dan 6% (b/v)
- b. Injeksikan larutan tersebut ke alat GC-MS dengan kondisi operasi sebagai berikut :
 - kolom : RT-Wax (30 x 0.25 μ m)
 - Carrier gas : He (constant), 36 cm/detik
 - Injector : split/splitless : 250oC
 - Split ratio : 100 : 1
 - Tekanan : 46.7 kPa @ 40°C
 - Oven : 150°C (0.5 min.) – 5°C/min. – 225°C
 - Interface : direct 250°C
 - Ionization : electron impact
 - Mass range: 40-500 amu
- c. Buat kurva baku hubungan kadar minyak standard lawan luas area kromatogram
- d. Buat larutan contoh dengan mengencerkan dengan n-Heksana.
- e. Injeksikan larutan contoh ke dalam alat GC-MS. Amati luas area contoh hingga berada dalam kisran kurva.
- f. Tentukan Kadar PA.

Persyaratn mutu minyak nilam menurut (SNI = **SNI 06-2385-2006**)

No	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1	Warna	-	Kuning muda – coklat kemerahan
2	Bobot Jenis 25°C/25 °C	-	0,950 – 0,975
3	Indeks bias (n_D^{20})	-	1,507 – 1,515
4	Kelarutan dalam etanol 90 % pada suhu 20 °C \pm 3 °C	-	Larutan jernih atau opalesensi ringan dalam perbandingan volume 1 :10
5	Bilangan asam	-	Maks. 8
6	Bilangan ester	-	Maks. 20
7	Putaran optik	-	(-) 48° – (-) 65°
8	Patchouli alcohol ($C_{15}H_{26}O$)	%	Min. 30
9	Alpha copaene ($C_{15}H_{24}$)	%	Maks. 0,5
9	Kandungan besi (Fe)	mg/kg	Maks. 25