



TESIS - TK 142541

PEMISAHAN WAX DARI MINYAK NYAMPLUNG (*Calophyllum inophyllum*)
DAN MINYAK JARAK PAGAR (*Jatropha curcas*)

SAFRINA HAPSARI
NRP 02211650010022

DOSEN PEMBIMBING
Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D
Hakun Wirawasista Aparamarta, S.T., M.MT., Ph.D

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018



TESIS– TK 142541

**PEMISAHAN WAX DARI MINYAK NYAMPLUNG
(*Calophyllum inophyllum*) DAN MINYAK JARAK PAGAR
(*Jatropha curcas*)**

**SAFRINA HAPSARI
NRP. 02211650010022**

Pembimbing

Setiyo Gunawan, S.T.,Ph.D.

NIP. 1976 03 23 2002 12 1001

Hakun Wirawasista Aparamarta, S.T., M.MT., Ph.D

NIP. 1978 0922 2008 01 1001

**PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
LABORATORIUM TEKNOLOGI BIODIPLOMA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

PEMISAHAN WAX DARI MINYAK NYAMPLUNG (*Calophyllum inophyllum*) DAN MINYAK JARAK PAGAR (*Jatropha curcas*)

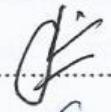
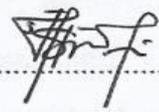
Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Teknik (MT)
di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

Safrina Hapsari
NRP. 02211650010022
Tanggal Ujian : 10 Juli 2018
Periode Wisuda : September 2018

Disetujui oleh:

- | | | |
|--|---------------------|---|
| 1. Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D
NIP. 197603232002121001 | (Pembimbing 1)..... |  |
| 2. Hakun W. A., S.T., M.MT, Ph.D
NIP. 197809222008011001 | (Pembimbing 2)..... |  |
| 3. Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M. Eng
NIP. 196110211986011001 | (Penguji 1) |  |
| 4. Dr. Yeni Rahmawati, S.T., M.T.
NIP. 197610202005012001 | (Penguji 2) |  |
| 5. Siti Nurkhamidah, S.T., M.S., Ph.D
NIP. 198405082009122009 | (Penguji 3) |  |

Dekan Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember




Dr. Bambang Lelono Widjiantoro, S.T., M.T.
NIP. 196905071995121001

PEMISAHAN WAX DARI MINYAK NYAMPLUNG (*Calophyllum inophyllum*) DAN MINYAK JARAK PAGAR (*Jatropha curcas*)

Disusun oleh : Safrina Hapsari (02211650010022)

Dosen Pembimbing : Setiyo Gunawan, ST., Ph.D.

Hakun Wirawasista Aparamarta, S.T., M.MT.,Ph.D

ABSTRAK

Nyamplung dan jarak pagar merupakan tanaman yang banyak tersebar di Indonesia dan dikenal memiliki banyak kegunaan. Akan tetapi, pemanfaatan kedua tanaman tersebut masih terbatas karena minyak nyamplung dan jarak pagar mengandung racun yang berbahaya bila dikonsumsi, sehingga kedua tanaman tersebut umumnya dimanfaatkan dan diteliti sebagai bahan baku biodiesel. Hingga saat ini, belum ada penelitian yang ditujukan untuk meneliti komponen wax yang dimiliki oleh tanaman nyamplung dan jarak pagar. Wax memiliki beragam kegunaan di industri, yaitu sebagai pengikat minyak, anti gores, media pendispersi, pelapis dan sebagai pelumas. Penelitian ini bertujuan untuk memisahkan wax dari minyak nyamplung dan minyak jarak pagar, mengetahui metode dan kondisi terbaik untuk mengisolasi wax, serta untuk mengetahui yield wax dan persen kemurniaan terbaik yang bisa diperoleh. Analisa kualitatif yang digunakan adalah *Thin-Layer Chromatography* (TLC), sedangkan analisa kuantitatif yang digunakan adalah *Gas Chromatography* (GC). Metode pemisahan wax dengan metode ekstraksi batch-wise menggunakan campuran petroleum eter dan methanol belum dapat memisahkan wax dengan baik. Wax berhasil diisolasi dengan metode adsorpsi silica gel pada suhu 50°C. Hasil terbaik (yield 0,4% dan kemurniaan 93,2%) dicapai dengan menggunakan dua stage adsorpsi dan dengan rasio minyak : silica gel = 1:1 (g/g).

Kata Kunci : adsorpsi, batch-wise, *Calophyllum inophyllum*, ekstraksi, *Jatropha curcas*, silica gel, wax

WAX SEPARATION FROM *CALOPHYLLUM INOPHYLLUM* OIL AND *JATROPHA CURCAS* OIL

Name : Safrina Hapsari (02211650010022)

Advisors : Setiyo Gunawan, ST., Ph.D.

Hakun Wirawasista Aparamarta, S.T., M.MT.,Ph.D

ABSTRACT

Calophyllum inophyllum and *Jatropha curcas* are widely spread in Indonesia and they are known to have many advantages. However, the utilization of both plants is still limited because they contain harmful toxins. So, both plants are generally used and investigated as a raw material of biodiesel. Wax content of *Calophyllum inophyllum* and *Jatropha curcas* has never been reported. Wax has many of uses in industries, such as oil binder, scratch resistance, dispersion media, coating, and as a lubricant. The aims of this research were to separate wax from *Calophyllum inophyllum* and *Jatropha curcas* oil, to know the best condition and the best method to isolate wax, to know the yield of isolated wax and its purity percentage. The qualitative analysis used was TLC (Thin-Layer Chromatography), while the quantitative analysis used was Gas Chromatography (GC). Batch-wise extraction method using a mixture of petroleum ether and methanol could not be applied to separate wax properly. Wax was successfully isolated by silica gel adsorption method at 50°C. The best result (yield 0,4% and purity 93,20%) was achieved by using two stage of adsorption and using ratio of oil : silica gel = 1: 1 (g/g).

Keywords : adsorption, batch-wise, *Calophyllum inophyllum*, extraction, *Jatropha curcas*, silica gel, wax.

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT karena atas berkah dan rahmat-Nya saya dapat menyelesaikan tesis yang berjudul, “PEMISAHAN WAX DARI MINYAK NYAMPLUNG (*Calophyllum inophyllum*) DAN MINYAK JARAK PAGAR (*Jatropha curcas*)”. Tugas ini merupakan salah satu prasyarat meraih gelar magister teknik di Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Selama penyusunan tesis, saya banyak mendapat bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak. Untuk itu saya ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. (Alm) Bapak, Ibu dan kakak saya. Sebab tanpa pengorbanan dan dukungan mereka yang tanpa batas, saya tidak akan sampai pada tahap ini.
2. Bapak Setiyo Gunawan, S.T, Ph.D dan bapak Hakun Wirawasista, S.T, M.MT, Ph.D. selaku dosen pembimbing yang telah banyak meluangkan waktu, memberikan saran dan ilmu kepada saya.
3. Bapak Dr. Juwari, ST, M.Eng selaku Ketua Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
4. Bapak Dr. Tantular Nurtono, ST., M.Eng selaku Koordinator Prodi Pascasarjana Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
5. Bapak Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, selaku Kepala Laboratorium Teknologi Biokimia.
6. Bapak dan Ibu dosen pengajar, Laboran (Cak Gun), dan seluruh karyawan departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
7. Teman-teman Dolan Sogoy (Mbak Atiqa, Mbak Fibri, Denis “Emon”, Hanggoro, Dimas, Rizal). *Our memories are too precious to be forgotten. I'll preserve them.*
8. Teman-teman di Laboratorium Teknologi Biokimia: Mbak Whiny, Afan, Toto, Dini, dkk. yang telah mewarnai hari-hari saya selama melakukan penelitian di laboratorium. *Last but not least*, Maktum, yang banyak memberi bantuan dan pengetahuan perihal analisa GC.

9. Teman-teman di pascasarjana (Khairunnisa, Trias, Vebria, Irwan, Mas Jadid, dkk.).

Saya menyadari bahwa penulisan laporan ini masih banyak kekurangan. Oleh karena itu, saya sangat mengharapkan saran dan masukan yang konstruktif untuk kesempurnaan laporan ini.

Surabaya, 29 Juni 2018

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Bagian-bagian tanaman nyamplung.....	7
Gambar 2.2.	Peta penyebaran tanaman nyamplung di Indonesia	10
Gambar 2.3.	Bagian-bagian tanaman jarak pagar	13
Gambar 2.4.	Struktur wax	14
Gambar 2.5.	Ilustrasi proses adsorpsi-desorpsi.....	18
Gambar 2.6.	Bentuk struktur silica gel	19
Gambar 2.7.	Struktur monogliserida dan digliserida	19
Gambar 2.8.	Struktur trigliserida	20
Gambar 2.9.	Sistem <i>Gas Chromatography</i>	21
Gambar 2.10.	Penggambaran skema TLC	23
Gambar 2.11.	Ilustrasi penentuan Rf	23
Gambar 3.1.	Rangkaian alat adsorpsi.....	30
Gambar 3.2.	Rangkaian alat soxhlet extractor	31
Gambar 3.2.	Sistem cross-current pada ekstraksi multistage.....	33
Gambar 3.4.	Diagram alir penelitian ekstraksi batchwise multistage	34
Gambar 3.5.	Diagram alir penelitian adsorpsi silica gel.....	36
Gambar 4.1.	Ekstraksi yang terjadi dalam corong pemisah stage 1 sampai 8 ...	40
Gambar 4.2.	Hasil Analisa GC untuk pemisahan wax dari crude oil.....	43
Gambar 4.3.	Hasil Analisa GC untuk pemisahan wax dari fraksi nonpolar	44
Gambar 4.4.	Hasil analisa TLC fase solid variabel 1:40 (g/mL)	45
Gambar 4.5.	Fase solid hasil kristalisasi dari minyak nyamplung dengan metode batchwise extraction	46
Gambar 4.6.	Fase solid hasil kristalisasi dari minyak nyamplung dengan metode batchwise extraction	46
Gambar 4.7.	Hubungan rasio minyak : silica gel dan jumlah stage terhadap persen kemurnian.....	47
Gambar 4.8.	Hubungan rasio minyak : silica gel dan jumlah stage terhadap persen kemurnian	48
Gambar 4.9.	Perbandingan struktur komponen.....	49

Gambar 4.10. Hasil analisa GC untuk pemisahan dengan metode adsorpsi silica gel	50
Gambar 4.11. Hasil analisa TLC untuk wax dari variabel rasio 1:1 (g/g) dengan dua stage	51
Gambar 4.12. Fase solid minyak nyamplung hasil isolasi dengan adsorpsi silica gel	51
Gambar 4.13. (a) Wax hasil isolasi dengan adsorpsi silica gel, (b) carnauba wax Keduanya dalam etil asetat dan pada suhu ruang	52
Gambar 4.14. (a) Wax hasil isolasi dengan adsorpsi silica gel, (b) carnauba wax Keduanya dalam etil asetat dan pada suhu 50°C	52
Gambar 4.15 Perbandingan kromatogram wax hasil kedua metode	53

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1.	Karakteristik tanaman nyamplung	8
Tabel 2.2.	Manfaat tiap bagian tanaman nyamplung	9
Tabel 2.3.	Properti minyak nyamplung	11
Tabel 2.4.	Karakteristik morfologi tanaman jarak pagar	12
Tabel 2.5.	Properti minyak jarak pagar	14
Tabel 2.6.	Jenis pelarut dan polaritasnya	17
Tabel 2.7.	Asam lemak dan strukturnya.....	20
Tabel 2.8.	Jenis adsorbent	22
Tabel 2.9.	Studi hasil penelitian sebelumnya.....	25
Tabel 4.1.	Spesifikasi bahan baku minyak nyamplung.....	39
Tabel 4.2.	Perubahan densitas dari layer pertama sampai ke-lima	41
Tabel 4.3.	Spesifikasi bahan baku minyak jarak pagar	54

DAFTAR ISI

Lembar Pengesahan Tesis	ii
Abstrak	iii
Abstract	iv
Kata Pengantar	v
Daftar Gambar.....	vii
Daftar Tabel	ix
Daftar Isi.....	x
Bab 1 Pendahuluan.....	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	4
1.3. Batasan Masalah.....	4
1.4. Tujuan Penelitian	4
1.5. Manfaat Penelitian	4
1.6. Kebaharuan penelitian.....	5
Bab 2 Tinjauan Pustaka.....	
2.1. Tanaman Nyamplung (<i>Callophyllum inophyllum</i>).....	7
2.2. Properti dan kandungan minyak nyamplung.....	11
2.3. Tanaman jarak pagar (<i>Jatropha curcas</i>).....	11
2.4. Properti dan kandungan minyak jarak pagar.....	14
2.5. Wax	14
2.6. Ekstraksi.....	15
2.7. Adsorpsi dan desorpsi	17
2.8. Silica gel.....	18
2.9. Monogliserida, digliserida, dan trigliserida	19
2.10. Free Fatty Acid.....	20
2.11. Identifikasi dan Karakterisasi.....	20
2.12. Studi Hasil Penelitian Sebelumnya	25
Bab 3 Metodologi Penelitian.....	
3.1. Proses pemisahan wax.....	29
3.2. Bahan dan Peralatan	30
3.3. Metode Penelitian.....	32
3.4. Analisa	37
Bab 4 Hasil dan Pembahasan	
4.1. Pemisahan wax dari minyak nyamplung.....	39
4.1.1. Hasil pemisahan wax dengan metode batchwise extraction	39
4.1.2. Hasil pemisahan wax dengan metode adsorpsi silica gel.....	46

4.2. Perbandingan hasil isolasi kedua metode.....	53
4.3. Pemisahan wax dari minyak jarak pagar.....	54
Bab 5 Kesimpulan.....	55
Daftar Pustaka.....	xii
Lampiran A (Appendiks)	
Lampiran B (Data hasil percobaan)	

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar belakang

Indonesia merupakan negara dengan populasi hutan bakau terbesar di dunia dengan area seluas 3,1 juta hektar atau 22% dari total populasi hutan bakau dunia. Sisanya berada di Australia (7,1%), Brazil (7%), Meksiko (5,4%), Nigeria (4,7%) dan di beberapa negara lainnya (Giri dkk., 2011). Tidak hanya itu, Indonesia juga termasuk negara yang memiliki hutan bakau dengan tingkat keanekaragaman hayati yang sangat bervariasi di dunia (Giesen dkk., 2006). Hutan bakau dapat dengan mudah ditemukan di seluruh wilayah pesisir Indonesia. Mereka terdapat di pantai timur Sumatera, di pantai barat dan timur Kalimantan, di Irian Jaya bagian selatan, di pantai kepulauan Aru, di Sulawesi Tenggara, dan pantai utara Jawa (Wilkie dan Fortuna, 2003).

Tanaman nyamplung (*Calophyllum inophyllum L.*) adalah salah satu jenis tanaman hutan bakau yang memiliki banyak manfaat. Selain akar tanaman tersebut dapat mencegah abrasi, bagian tanaman yang lain juga tidak kalah penting. Hampir setiap bagian dari tanaman ini dapat diolah menjadi produk bernilai tinggi. Namun, masih sedikit masyarakat Indonesia yang mengetahui keunggulan tanaman tersebut. Di India, seluruh bagian tanaman nyamplung digunakan sebagai obat untuk menyembuhkan reumatik dan berbagai penyakit kulit. Batang nyamplung digunakan untuk mengobati pendarahan internal dan sebagai bahan astringen untuk produk perawatan kulit. Daun nyamplung dapat bermanfaat untuk mengobati iritasi mata, vertigo, migrain, dan *heat stroke* (Ling dkk., 2006; Chavan dkk., 2013). Biji nyamplung dapat diolah untuk menghasilkan minyak dengan yield sebesar 60%. Minyak tersebut dapat digunakan sebagai bahan pembuatan sabun, cat dan juga *varnish* (Hemavathy dan Prabhakar, 1990).

Selain nyamplung, tanaman jarak merupakan salah satu tanaman yang mudah dikultivasi di daerah tropis seperti Indonesia. Jarak pagar (*Jatropha curcas L.*) adalah spesies tanaman jarak dengan kandungan minyak yang cukup tinggi (30-50%). Beberapa manfaat jarak pagar yaitu ampas dari proses ekstraksi minyak dapat dimanfaatkan sebagai pupuk karena kaya akan nitrogen, minyak dari biji

bisa digunakan untuk mengusir hama, mengobati eksim dan meringankan reumatik, serta sebagai *varnish*. Batang jarak pagar bermanfaat untuk mengobati sakit gigi, pendarahan dan pembengkakan gusi, HIV, dan tumor. Ekstrak tanaman ini juga bermanfaat untuk menyembuhkan luka dan penyakit dermatomucosal (Kumar dan Sharma 2008).

Nyamplung dan jarak pagar sangat berpotensi untuk dijadikan bahan penelitian karena tidak bersaing dengan bahan pangan dan mudah dibudidayakan. Selain itu, berikut ini adalah keunggulan kedua tanaman tersebut menurut Atabani dan César (2014) serta Saadaoui dkk. (2016) ditinjau dari prospek pengembangan dan pemanfaatannya:

1. Nyamplung dan jarak pagar memiliki ketahanan yang tinggi terhadap kondisi yang ekstrim, seperti: angin kencang dan kekeringan
2. Tetap produktif hingga berumur 50 tahun.
3. Pemanfaatannya tidak berkompetisi dengan tanaman pangan.
4. Menghasilkan minyak dengan yield yang cukup tinggi.
5. Dapat bermanfaat sebagai pemecah angin di daerah pesisir yang dapat mencegah abrasi, melindungi tanaman, penyedia daerah ekowisata, dan konservasi sempadan pantai.

Sampai saat ini telah banyak penelitian yang dilakukan untuk mengetahui kelebihan lain yang dimiliki oleh tanaman nyamplung dan jarak pagar, terutama dalam hal pembuatan biodiesel. Namun dari sekian banyak percobaan yang telah dilakukan, belum ada penelitian yang ditujukan untuk meneliti komponen wax yang dimiliki oleh tanaman nyamplung dan jarak pagar. Wax memiliki beragam kegunaan di industri, yaitu sebagai pengikat minyak pada produk lipstik dan semir sepatu, sebagai *water repellent* di industri pelapis dan farmasi, sebagai *scratch resistant* pada produk tinta dan pelapis mobil, sebagai media pendispersi untuk produk maskara, sebagai media pengikat untuk produk keramik dan kosmetik dan juga sebagai pelumas (Tinto dkk., 2017).

Menurut Ajayi (2009), minyak yang diekstrak dari biji-bijian mengandung wax, meskipun kadarnya hanya sedikit. Keberadaan wax bagi tanaman adalah untuk menjaga kadar air dan mencegah kerusakan tanaman dari kondisi cuaca yang ekstrim (Misra dkk., 1987). Wax merupakan ester dari asam karboksilat

rantai panjang dan alkohol rantai panjang (Vali dkk., 2005). Keberadaan wax juga disertai dengan adanya komponen lipid yang lain seperti hidrokarbon, sterol esters, aldehyd alifatik, alkohol primer dan sekunder, diols, ketones, dan trigliserol. Wax yang diperoleh dari petroleum mengandung alkana rantai panjang (C20-C40), sedangkan wax yang diperoleh dari makhluk hidup cenderung mengandung wax ester sebagai komponen utama dan komponen lainnya dengan kadar yang berbeda tergantung dari sumbernya (Huynh dkk., 2011).

Vali dkk (2005) berhasil memurnikan crude wax dedak padi dari pengotor dengan cara direflux menggunakan pelarut hexane, kemudian direflux dengan isopropanol, dan dipucatkan dengan NaBH_4 . Hasilnya yaitu diperoleh wax dengan kemurnian 99% dan titik lelehnya mencapai 80-83°C, serta mengandung wax ester C40-C64. Gunawan dkk., (2006) mengisolasi dan memurnikan wax dari minyak dedak padi dengan cara adsorpsi silica gel dan ekstraksi soxhlet yang dilanjutkan dengan pengendapan wax dalam aseton dingin. Dari proses tersebut, diperoleh yield sebesar 1,4% dan diketahui mengandung wax ester C40-64. Huynh dkk., (2011) mengisolasi wax dari lumpur aktif dengan cara pengendapan dalam aseton dingin, lalu wax diolah dengan isopropanol, dan dipucatkan dengan NaBH_4 . Dari penelitian itu diperoleh wax dengan yield 2,75% dari lumpur aktif yang sudah dikeringkan. Wax juga dapat dimurnikan dari crude wax biji bunga matahari dengan cara ekstraksi dengan hexane dan dilanjutkan ekstraksi dengan kloroform seperti yang dilakukan Kanya dkk. (2007). Hasilnya menunjukkan bahwa di dalam wax biji bunga matahari terkandung ester rantai panjang yang memiliki rentang antara C38 sampai C54..

Hasil penelitian-penelitian terdahulu belum menunjukkan variabel /kondisi terbaik dalam pemisahan wax. Selain itu, penggunaan bahan toksik seperti kloroform sebisa mungkin dihindari. Sehingga diperlukan metode pemisahan wax yang lebih aman, lebih efisien, dan dapat digunakan untuk skala industri. Dengan mengetahui metode yang tepat untuk pemisahan wax dari minyak nyamplung dan jarak pagar, diharapkan dapat semakin meningkatkan potensi dan nilai ekonomi kedua tanaman tersebut.

1.2. Rumusan masalah

Dari latar belakang yang telah diuraikan sebelumnya, maka dapat dirumuskan beberapa masalah yang akan dibahas dalam penelitian ini, yaitu:

1. Bagaimana cara pemisahan wax dari minyak nyamplung dan minyak jarak pagar?
2. Bagaimana metode dan kondisi terbaik untuk memisahkan wax?
3. Berapakah yield dan kemurnian wax yang berhasil dipisahkan?

1.3. Batasan masalah

Dalam penelitian ini diberikan batasan masalah dengan ruang lingkup sebagai berikut:

1. Bahan yang digunakan adalah minyak biji nyamplung yang diperoleh dari daerah Cilacap, Jawa Tengah dan minyak dari biji jarak pagar yang diperoleh dari Padang, Sumatera Barat.
2. Komponen yang akan dipisahkan adalah wax.

1.4. Tujuan penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Melakukan pemisahan wax dari minyak nyamplung dan minyak jarak pagar
2. Mengetahui kondisi dan metode terbaik yang digunakan untuk memisahkan wax
3. Mengetahui yield wax yang dapat diisolasi dan persen kemurniannya

1.5. Manfaat penelitian

Dari penelitian ini diharapkan memberi manfaat antara lain:

1. Dapat mengetahui cara untuk memisahkan wax yang terkandung di dalam minyak nyamplung dan minyak jarak pagar
2. Dapat mengetahui jumlah kandungan wax yang berhasil diisolasi dari minyak nyamplung dan minyak jarak pagar

3. Dapat mengedukasi masyarakat mengenai manfaat-manfaat tanaman nyamplung selain minyaknya yang biasanya digunakan sebagai bahan baku biodiesel
4. Dapat mengetahui potensi lain yang dapat dikembangkan dari minyak nyamplung dan minyak jarak pagar
5. Dapat memberikan informasi kepada masyarakat mengenai potensi minyak nyamplung dan minyak jarak pagar dalam berbagai jenis produk.

1.6. Kebaharuan Penelitian

Minyak nyamplung dan jarak pagar dikenal sebagai minyak yang tidak layak konsumsi karena mengandung racun. Oleh karena itu, kedua jenis minyak tersebut banyak diteliti sebagai bahan alternatif energi seperti biodiesel dan biofuel. Komposisi wax yang terkandung dalam minyak nyamplung dan minyak jarak pagar belum diketahui secara pasti karena belum ada penelitian tentang hal tersebut. Pada penelitian ini komponen wax akan dipisahkan dari minyak dengan menggunakan pelarut-pelarut yang aman dan mudah untuk direcycle, kondisi operasi yang tidak ekstrim, dan dapat dilakukan untuk skala industri. Metode dan kondisi terbaik untuk memperoleh wax juga akan diteliti lebih lanjut.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Tanaman Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*)

Nama ilmiah dari *C. inophyllum* diambil dari bahasa Yunani *Kalos*, yang berarti cantik dan *Phullon* yang berarti daun (Orwa dkk., 2009). *C. inophyllum* adalah tanaman multifungsi yang berasal dari daerah Afrika bagian timur, India, Asia Tenggara, dan Pasifik bagian selatan. Di Inggris, tanaman ini dikenal dengan sebutan Alexandrian laurel, *beauty leaf*, atau Borneo mahogany. Selain itu, tanaman ini juga dikenal dengan sebutan kamani (Hawai), tamanu (Pulau Cook), fetau (Samoa), damanu (kepulauan Fiji), te itai (Pulau Kiribati), dan penaga laut (Malaysia). Sedangkan di Indonesia, tanaman ini disebut dengan nyamplung (Friday dan Okano, 2006; Ling dkk., 2006). Bagian-bagian tanaman nyamplung dan karakteristiknya dapat dilihat di gambar 2.1 dan tabel 2.1. Sedangkan klasifikasi tanaman nyamplung menurut Heyne (1987) adalah sebagai berikut:

Divisi	: Spermatophyta
Subdivisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledone
Bangsa	: Guttiferales
Suku	: Guttiferae
Marga	: <i>Calophyllum</i>
Jenis	: <i>Calophyllum inophyllum</i> L.



Gambar 2.1. Bagian-bagian tanaman nyamplung (Leksono dkk., 2014)

Tabel 2.1. Karakteristik tanaman nyamplung

Nama Bagian Tanaman	Ciri-ciri
Batang	Berkayu, bulat, dan berwarna coklat atau putih kotor
Daun	Berwarna hijau, tunggal, bersilang berhadapan, bulat memanjang atau bulat telur, ujung tumpul, pangkal membulat, tepi rata, pertulangan bersirip, 8able8g 10-21 cm, tangkai 1,5-2,5 cm, daging daun seperti kulit/belulang
Bunga	Majemuk, bentuk tandan, di ketiak daun yang teratas, berkelamin dua, diameter 2-3 cm, daun berkelopak empat, tidak beraturan, benang sari banyak, tangkai putih membengkok, kepala putik bentuk perisai, daun mahkota empat, bentuk perisai.
Buah	Batu, bulat seperti peluru dengan mancong kecil di depannya, diameter 2,3-3,5 cm, berwarna coklat.
Akar	Tunggang, bulat, berwarna coklat.

Sumber: (Yunitasari dan Arani, 2008)

Tanaman nyamplung mengandung banyak komponen yang dapat berfungsi sebagai anti bakteri, anti kanker, antineoplastic, anti inflamasi, antiplatelet, antipsikotik, antiviral, photoprotective, molluscicidal, dan piscicidal. Menurut Ling (2006) senyawa yang terkandung dalam tanaman ini diantaranya: *inophynone*, *canophyllol*, *canophyllic acid*, *calophyllolide*, *inophyllolide*, *inophyllum B, C, P, and E*, *jacareubin*, (+) *calanolide A*, *inocalophyllins A dan B*, *calophynone*, *calophyllumin dan C*, *inophyllin A*. Menurut Susanto (2017), daun nyamplung dapat menjadi sumber serat yang baik untuk program diet karena mengandung 23,96% fiber. Akan tetapi, di dalam daun nyamplung tidak ditemukan adanya lipid.

Pemanfaatan bagian tanaman nyamplung menurut sumber dijabarkan pada tabel 2.2.

Tabel 2.2. Manfaat tiap bagian tanaman nyamplung

Nama Bagian Tanaman	Manfaat
Getah	Penduduk Samoa menggunakan getah tanaman ini dengan mengoleskannya di ujung panah mereka untuk berburu. Getah ini menyebabkan kebutaan jika terjadi kontak dengan mata, dan akan menyebabkan kematian apabila terbawa ke sirkulasi darah.
Akar	Di Mauritius rebusan akar tanaman ini digunakan untuk mengobati bisul dan <i>ophthalmia</i> (mata bengkak)
Kulit pohon	Kulit pohon dapat digunakan sebagai obat analgesic, antiplasmodic, dan mengandung tannin. Di India dan Indo-China, kulit pohon yang ditumbuk digunakan dalam orchitis. Kulit pohon juga digunakan untuk mengobati disentri. Sementara di Indonesia, rebusan kulit pohon digunakan setelah melahirkan sebagai pembersih alat kelamin dan pada penyakit gonorrhea
Daun	Rebusan daun hangat digunakan untuk luka tore, luka lecet, jerawat, dan beberapa penyakit kulit ringan lain akibat bakteri. Di Madagaskar, Linga, dan Fiji, air rebusan ini juga digunakan untuk mengobati mata bengkak.

Sumber: (Dweck dan Meadows, 2002)

Nyamplung dapat tumbuh pada berbagai tingkat kesuburan tanah, terutama pada kondisi tanah berpasir yang kering seperti di daerah pesisir serta dapat menolerir tanah liat maupun tanah berbatu. Selain itu, nyamplung dapat bertahan pada kondisi ekstrim seperti angin kencang, kekeringan, kadar garam yang tinggi,

dan tanah yang digenangi air. Ia tumbuh dengan baik pada ketinggian 0-800 meter dpl, curah hujan antara 1000-5000mm per tahun, pH tanah 4.0-7.4. Tinggi tanaman dapat mencapai 30 meter dengan diameter 0.8 meter, daun mengkilap, batang berwarna abu-abu hingga putih, warna kayu bervariasi tergantung spesies. Tanaman nyamplung berbuah sepanjang tahun terutama pada bulan Februari-Maret dan Agustus-September di Indonesia dan di Hawaii April-Juni dan Oktober-Desember. Tanaman nyamplung memiliki daya tahan yang tinggi terhadap lingkungan, ditemukan dalam jumlah populasi yang besar, dengan kisaran umur yang lama (1-50 tahun), dan memiliki biji yang banyak (Friday dan Okano, 2006).

Nyamplung tersebar hampir di seluruh wilayah Indonesia, terutama di daerah pesisir pantai, seperti: Taman Nasional (TN) Alas Purwo, TN Kepulauan Seribu, TN Baluran, TN Ujung Kulon, Cagar Alam (CA) Pananjung Pangandaran, Kawasan Wisata (KW) Batu Karas, Pantai Carita Banten, wilayah Papua (pulau Yapen, Jayapura, Biak, Nabire, Manokwari, Sorong, Fakfak), Maluku Utara (Halmahera dan Ternate), TN Berbak (Pantai Barat Sumatera) (Leksono dkk., 2014). Peta penyebaran nyamplung dapat dilihat pada gambar 2.2 berikut.



Gambar 2.2. Peta penyebaran tanaman nyamplung di Indonesia (Leksono dkk., 2014)

2.2. Properti dan Kandungan Minyak Nyamplung

Produktivitas biji nyamplung dapat mencapai 20 ton/ha. Kandungan minyak dalam biji nyamplung diketahui sekitar 40-75% (basis kering) (Fadhlullah dkk., 2015). Venkanna dan Reddy (2009), serta Dweck dan Meadows (2002) melaporkan hal serupa, yaitu kandungan minyak dalam biji nyamplung sebesar 75%. Sedangkan menurut hasil penelitian Orwa (2009), minyak yang dihasilkan biji nyamplung sebesar 50-73%. Properti minyak nyamplung berdasarkan hasil penelitian Venkanna dan Reddy (2009) dijabarkan pada tabel 2.3.

Tabel 2.3. Properti minyak nyamplung

Properti	Nilai
Densitas pada suhu 20°C (kg/m ³)	910
Viskositas kinematik pada 400°C (cSt)	32,48
<i>Flash point</i> (°C)	224
<i>Saponification value</i>	191-202
<i>Iodine value</i>	82-98
<i>Acid value</i> (mg KOH/g)	4,76

Sumber: (Venkanna dan Reddy, 2009)

Triacylglycerol (TAG) adalah kandungan yang dominan di dalam minyak, yaitu sebesar 78,3%, *Free Fatty Acid* (FFA) sebesar 8,51%, *Diacylglycerol* (DAG) sebesar 5,1%, *Monoacylglycerol* (MAG) sebesar 2,75% (Aparamarta dkk., 2016). Asam lemak yang terkandung dalam TAG adalah asam palmitat (C16:0), asam stearat (C18:0), asam oleat (C18:1c), asam linoleat (C18:2c), dan asam linolenat (C18:3c) (Aparamarta dkk., 2017).

2.3. Tanaman Jarak Pagar (*Jatropha curcas*)

Kata “*Jatropha*” berasal dari bahasa Yunani yaitu *jatros* (dokter) dan *trophe* (makanan) yang merujuk pada kegunaannya sebagai obat. Tanaman ini masuk dalam suku Joannesieae dan keluarga Euphorbiaceae (Kumar dan Sharma, 2008). Tanaman yang juga dikenal sebagai *physic nut*, *fig nut*, atau *pig nut* dalam bahasa Inggris itu diperkirakan berasal dari Amerika Tengah yang kemudian tersebar ke

penjuru Afrika dan Asia (Islam dkk., 2011). Tanaman ini dikenal dengan nama jangliarandi di India, purgeerbontjie di Afrika, sabudam di Thailand, dan jarak pagar di Indonesia (Orwa dkk., 2009). Adapun karakteristik morfologi tanaman jarak pagar dapat dilihat pada tabel 2.4.

Tabel 2.4. Karakteristik morfologi tanaman jarak pagar

Nama Bagian Tanaman	Ciri-ciri
Batang	Bulat, dan berwarna hijau keabuan. Bila tanaman memiliki cabang primer sedikit, maka tipe pertumbuhan tampak tegak, namun bila jumlah cabang primer banyak, tipe pertumbuhan tampak seperti semak.
Daun	Berwarna hijau dan berbentuk bulat. Bentuk menjari dan ada lekukan. Jumlah lekukan tersebut berkisar 5-7. panjang daun berkisar 18.2-19.8 cm dan lebar 17.5-18.0 cm. Tulang daun berukuran besar yang semuanya berpangkalan pada ujung tangkai daun. Tulang daun tersebut berwarna putih kekuningan atau krem.
Bunga	Berwarna kuning kehijauan, majemuk, berkelamin tunggal, namun adapula yang berkelamin ganda, panjang petiole berkisar antara 6-23 mm,
Buah	Berupa buah kotak berdiameter 2 – 4 cm berbentuk bulat hingga bulat telur, berwarna hijau ketika masih muda, dan kemudian menguning setelah masak.
Akar	Tunggang, bulat, berwarna coklat.

Sumber: (Santoso, 2010)



Gambar 2.3. Bagian tanaman jarak pagar (Santoso 2010)

Jarak pagar dapat dimanfaatkan dalam berbagai aspek kehidupan manusia. Jarak pagar tidak hanya dimanfaatkan sebagai sumber bahan bakar nabati tetapi juga sebagai sumber pembuatan kosmetika, bahan dasar pembuatan obat, dan lain sebagainya. Bungkil biji dapat dijadikan pupuk kompos, pakan ternak, dan briket. Kulit biji dapat dijadikan arang dan bahan biogas. Minyak biji dapat digunakan untuk bahan kosmetika, bahan bakar minyak, biodiesel, dan bio-insektisida (Santoso 2010). Bijinya dapat dijadikan obat arthritis dan sakit kuning, batangnya dapat digunakan untuk mengobati pembengkakan dan pendarahan pada gusi, sakit gigi. Bagian getah dapat digunakan untuk mengobati penyakit dermatomucosal, ekstrak tanaman dapat mengobati luka, alergi, scabies dan luka akibat terbakar (Kumar dan Sharma 2008). Bagian-bagian tanaman jarak pagar dapat dilihat pada gambar 2.3.

Tanaman jarak dapat tumbuh di daerah yang kering maupun semi kering dan banyak tersebar di Amerika Tengah dan Selatan, Afrika, India, dan Asia Tenggara. *J. curcas* dapat bertahan dengan kondisi tanah tandus, namun membutuhkan curah hujan minimum 250-1200 mm per tahun. Produksi bijinya sekitar 0,1 ton hektar/tahun hingga 8 ton hektar/tahun bergantung pada kondisi tanah. Biji baru bisa diperoleh setelah 12 bulan dan mencapai yield maksimum setelah 4-5 tahun (Kibazohi dan Sangwan 2011).

2.4. Properti dan Kandungan Minyak Jarak Pagar

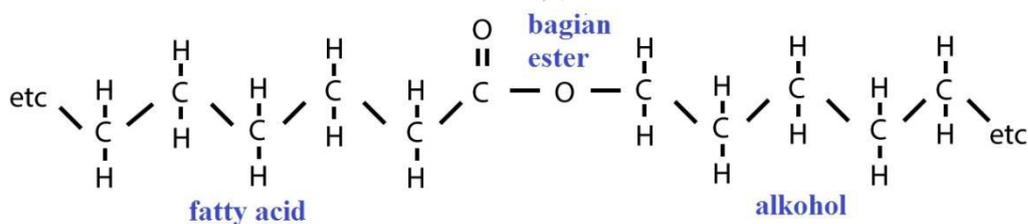
Tiap tahun, jarak pagar mampu menghasilkan biji sekitar 0,8 kg/m². Kadar minyak yang dihasilkan jarak pagar cukup tinggi, bahkan mampu melebihi yield minyak kedelai dan minyak biji kelapa sawit. Kadar minyak jarak pagar diketahui sebesar 45-60% (Ong dkk., 2011). Minyak jarak pagar banyak mengandung asam oleat, asam linoleat, asam palmitat, dan asam stearat. Properti minyak nyamplung berdasarkan hasil penelitian Kalbande dan Vikhe (2008) dalam Venkanna dan Reddy (2009) dijabarkan pada tabel 2.5.

Tabel 2.5. Properti minyak jarak pagar

Properti	Nilai
Densitas pada suhu 20°C (kg/m ³)	913,6
Viskositas kinematik pada suhu 400°C (cSt)	40,4
Flash point (°C)	240
Saponification value	195
Iodine value	101,7
Acid value (mg KOH/g)	3,52

Sumber: (Venkanna dan Reddy, 2009)

2.5. Wax



Gambar 2.4. Struktur wax

Minyak yang diekstrak dari biji-bijian mengandung wax, meskipun kadarnya hanya sedikit (Ajayi, 2009). Seperti yang terlihat dari gambar 2.4, wax merupakan ester dari asam karboksilat rantai panjang dan alkohol rantai panjang (Vali dkk., 2005). Wax dapat ditemukan di bagian permukaan tanaman seperti batang, daun, biji, mahkota dan buah. Keberadaan wax bagi tanaman adalah untuk

menjaga kadar air dan mencegah kerusakan tanaman dari kondisi cuaca yang ekstrim (Misra dkk., 1987). Keberadaan wax juga disertai dengan adanya komponen lipid yang lain seperti hidrokarbon, sterol esters, aldehyd alifatik, alkohol primer dan sekunder, diols, ketones, dan trigliserol. Wax yang diperoleh dari petroleum mengandung alkana rantai panjang (C20-C40), sedangkan wax yang diperoleh dari makhluk hidup cenderung mengandung wax ester sebagai komponen utama dan komponen lainnya dengan kadar yang berbeda tergantung dari sumbernya (Huynh dkk., 2011). Wax tidak mudah larut dalam solvent pada suhu ruang. Cara melarutkannya yaitu dengan pemanasan pada suhu 45°C - 50°C dan dapat dipisahkan dengan cara dikristalkan menggunakan pelarut ketonik, seperti aseton dan metil etil keton (Gunawan dkk., 2006). Beberapa properti wax menurut Endlein dan Palaikis (2011) antara lain yaitu:

1. Tekstur bermacam-macam. Mulai dari bersifat lembut dan mudah lengket hingga bersifat keras dan dapat retak pada suhu 20°C
2. Memiliki titik leleh 40°C-140°C
3. Jika dilelehkan lalu dipadatkan kembali, komponen tidak berubah
4. Viskositas lelehnya relative rendah
5. Kelarutannya bergantung pada temperatur

Wax memiliki beragam kegunaan. Oleh karena itu, wax digunakan dalam berbagai jenis produk, antara lain produk kosmetik, farmasi, makanan, keramik, dan *coatings*. Wax digunakan sebagai pengikat minyak pada produk lipstik dan semir sepatu, sebagai *water repellent* di industri pelapis dan farmasi, sebagai *scratch resistant* pada produk tinta dan pelapis mobil, sebagai media pendispersi untuk produk maskara, sebagai media pengikat untuk produk keramik dan kosmetik dan sebagai *plasticizer* dalam produk permen karet serta sebagai pelumas (Tinto dkk., 2017).

2.6. Ekstraksi

Ekstraksi adalah metode yang digunakan untuk memisahkan suatu substansi yang berada dalam suatu larutan. Larutan tersebut dikontakkan dengan pelarut yang dapat melarutkan komponen yang diinginkan, tetapi tidak melarutkan

komponen lainnya (Gunawan dkk., 2018). Kaidah sederhana yang berlaku dalam ekstraksi yaitu "*like dissolve like*" yang artinya senyawa polar akan larut dengan baik pada fase polar dan senyawa nonpolar akan larut dengan baik pada fase nonpolar. Gunawan et al., (2008) melaporkan bahwa ekstraksi dengan dua pelarut dapat mengisolasi *fatty acid steryl esters* dengan kemurnian dan recovery yang tinggi apabila diaplikasikan pada fraksi lipid dalam suatu komponen yang kaya akan senyawa tersebut. Metode ini memiliki beberapa keunggulan, yaitu ramah lingkungan karena pelarut dapat didaur ulang dan membutuhkan peralatan sederhana.

Polaritas merupakan salah satu ciri ikatan kimia, dimana dua atom yang berbeda dalam molekul yang sama memiliki keelektronegatifan berbeda. Akibatnya, elektron-elektron di dalam ikatan tidak dibagi sama rata oleh dua buah atom. Hal ini mengakibatkan medan elektrik (berkutub) yang asimetris. Ikatan kovalen molekul dapat dideskripsikan sebagai polar atau non-polar. Senyawa polar adalah suatu senyawa yang terbentuk akibat satu atom mempunyai keelektronegatifan yang substansial lebih besar daripada yang lain. Semakin elektronegatif suatu atom, semakin besar tarikannya terhadap ikatan elektron. Hasilnya adalah suatu ikatan dengan distribusi rapat elektron yang tak merata. Senyawa non-polar adalah suatu senyawa yang terbentuk akibat atom dengan keelektronegatifan yang sama atau hampir sama membentuk ikatan kovalen, di mana kedua atom menerapkan tarikan yang sama atau hampir sama terhadap elektron ikatan. Umumnya, ikatan karbon-karbon dan ikatan karbon-hidrogen adalah jenis ikatan nonpolar yang paling umum. (Fessenden dan Fessenden, 1992).

Untuk mengisolasi wax dari minyak nyamplung, perlu dilakukan pemisahan antara kandungan polar dan non-polarnya terlebih dulu. Pemisahan ini berdasarkan *polarity index* pelarut yang digunakan, misalnya air merupakan pelarut polar dengan *polarity index* sebesar 9. Sedangkan methanol dan aseton merupakan senyawa cenderung polar dengan *polarity index* sebesar 5,1. Di samping itu, n-heksana dan petroleum eter merupakan senyawa non polar dengan *polarity index* sebesar 0 (Sadek, 2002). Senyawa polar yang terkandung dalam

minyak nyamplung diharapkan akan terlarut pada pelarut polar dan sebaliknya. Urutan pelarut dan polaritas relatifnya dapat dilihat di tabel 2.6.

Tabel 2.6. Jenis pelarut dan polaritas relatifnya

<i>Relative Polarity</i>	Formula	Grup	Pelarut
	R-H	Alkana	Petroleum eter, heksana, ligroin
	Ar-H	Aromatik	Toluene
	R-O-R	Ether	Diethyl ether
	R-X	Alkil halide	Triklorometana, chloroform
	R-COOR	Ester	Etil asetat
	R-CO-R	Aldehid, Keton	Asetone, MEK
	R-NH ₂	Amina	Phyridin, triethylamina
	R-OH	Alkohol	MeOH, EtOH, IPA, Butanol
	R-COHN ₂	Amida	Dimetilformamide
	R-COOH	Asam karboksilat	Asam etanoat
Polar	H-O-H	Air	

Sumber: (Sadek, 2002)

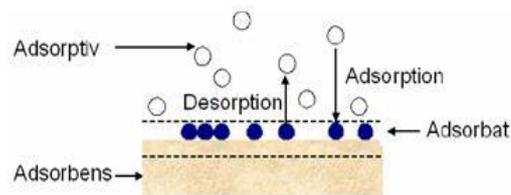
2.7. Adsorpsi dan Desorpsi

Adsorpsi adalah fenomena yang terjadi di permukaan benda akibat adanya interaksi antar atom, ion, atau molekul yang ada di adsorbat dan di permukaan adsorben. Proses adsorpsi terjadi ketika zat yang terlarut dalam gas atau liquid terakumulasi di permukaan adsorben (solid atau liquid), membentuk lapisan atomic atau lapisan molekul (adsorbat) (Lyubchik dkk., 2011). Fenomena yang terjadi dalam peristiwa adsorpsi-desorpsi diilustrasikan dengan gambar 2.5.

Desorpsi adalah proses yang berkebalikan dari proses adsorpsi, dimana adsorbate dilepaskan dari adsorben. Proses desorpsi dapat dikatakan sebagai proses lepasnya gas atau uap atau molekul pada permukaan padatan (adsorben). Desorpsi dapat dilakukan dengan beberapa cara, diantaranya adalah :

- Menaikkan temperatur adsorben di atas temperatur didih adsorben, dengan cara mengalirkan uap panas atau udara panas atau dengan menggunakan pemanasan.
- Menambahkan bahan kimia seperti solvent.
- Menurunkan tekanan pada proses

Adsorben adalah padatan berpori yang menyerap atau melepaskan suatu fluida. Molekul fluida yang diserap tetapi tidak terakumulasi atau melekat ke permukaan adsorben disebut *adsorptiv*, sedangkan yang terakumulasi disebut *adsorbat*.

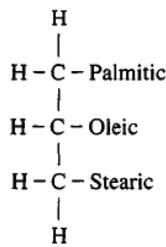


Gambar 2.5. Ilustrasi proses adsorpsi-desorpsi (Lyubchik dkk., 2011)

Berdasarkan gaya yang terjadi antara molekul adsorbat dan adsorben, adsorpsi dapat dibedakan menjadi 2 macam, yaitu: adsorpsi secara fisika (*physisorption*) dan adsorpsi secara kimia (*chemisorption*). Adsorpsi secara fisika terjadi karena adanya gaya Van der Waals yang lemah antara molekul adsorbat dan atom-atom yang membentuk permukaan adsorben. Proses adsorpsi fisika terjadi secara spontan dan dapat berupa monolayer, dua layer, hingga multi layer. Adsorpsi fisika dimulai dengan terjadinya monolayer yang kemudian menjadi multilayer. Adsorpsi terus terjadi hingga pori-pori adsorben terpenuhi oleh adsorbat. Area permukaan spesifik yang luas dapat menyediakan kapasitas adsorpsi yang besar. Ukuran mikropori menentukan akses molekul adsorbat menuju ke permukaan adsorpsi sehingga distribusi ukuran pori menjadi faktor penting untuk karakterisasi kemampuan adsorben dalam mengadsorpsi (Suzuki 1991).

2.8. Silica gel

Silica murni (SiO_2) pada dasarnya adalah senyawa yang bersifat inactive dan nonpolar. Tetapi jika permukaannya memiliki gugus fungsi hidroksil (silanol



Gambar 2.8. Struktur trigliserida

2.10. Free Fatty Acid

Free Fatty Acid (FFA) atau asam lemak bebas adalah asam lemak yang tidak teresterifikasi. Asam lemak merupakan asam karboksilat yang diperoleh dari hidrolisis suatu lemak atau minyak. Pada tabel 2.7 yang dikutip dari Fessenden dan Fessenden (1992) berikut disajikan contoh jenis-jenis asam lemak beserta strukturnya.

Tabel 2.7. Asam lemak dan strukturnya

Nama asam	Struktur
Jenuh:	
Butirat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{COOH}$
Palmitat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$
Stearat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$
Tak jenuh:	
Oleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
Palmitoleat	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$

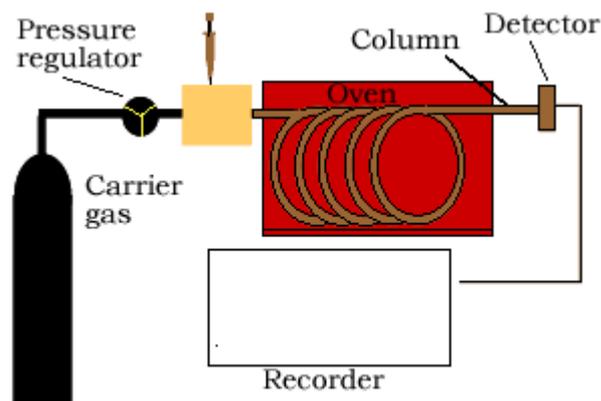
2.11. Identifikasi dan Karakterisasi

Pemisahan untuk identifikasi dan karakterisasi pada umumnya dibagi menjadi dua macam yaitu metode kromatografi dan metode non-kromatografi. Kromatografi merupakan suatu metode pemisahan fisik, di mana komponen-komponen yang dipisahkan didistribusikan di antara dua fase. Salah satu fasa tersebut yaitu lapisan stasioner, yang lainnya sebagai fluida yang mengalir lembut di sepanjang landasan stasioner. Fase stasioner dapat berupa solid atau liquid, biasanya dalam bentuk solid atau gel. Sedangkan fase bergerak dapat berupa gas, liquid, atau fluida superkritis. Dalam teknik kromatografi, zat-zat terlarut yang dipisahkan bermigrasi sepanjang kolom dan dasar pemisahan terletak pada laju

perpindahan yang berbeda untuk larutan yang berbeda (Day dan Underwood 2002).

2.11.1. *Gas Chromatography (GC)*

Gas chromatography (GC) merupakan alat untuk analisa konten dari macam-macam komponen dalam sampel. Fase gerak dari GC berupa gas inert (*carrier gas*) seperti helium, argon, atau nitrogen dan fase diamnya berupa cairan/*liquid*. Hampir seluruh GC menggunakan kolom kapiler dimana fase diam menyelimuti dinding kolom. Pemisahan komponen berdasarkan perbedaan kekuatan interaksi komponen dengan fase diam. Semakin kuat interaksi maka semakin lama waktu yang dibutuhkan untuk melalui kolom (semakin lama *retention time*). Detektor akan mengukur kuantitas komponen-komponen yang keluar dari kolom. Untuk mengukur sampel dengan konsentrasi yang tidak diketahui, sampel standar yang diketahui konsentrasinya diinjeksi ke instrumen GC, kemudian puncak *retention time* dari sampel standar dibandingkan dengan sampel uji untuk menghitung konsentrasi sampel uji (Day dan Underwood, 2002). Sistem gas kromatografi ditunjukkan oleh gambar 2.9.



Gambar 2.9. Sistem *Gas Chromatography*

2.11.2. *Thin Layer Chromatography (TLC)*

Thin Layer Chromatography (TLC) merupakan metode yang banyak digunakan untuk pemisahan dan identifikasi suatu senyawa di dalam suatu campuran. TLC menggunakan prinsip yang sama dengan ekstraksi untuk mencapai pemisahan dan pemurnian senyawa, yaitu pemisahan yang berbeda dari

senyawa antara dua fase berdasarkan perbedaan kelarutan senyawa dalam dua tahap. Dalam metode TLC, satu fase adalah fase gerak dan fase lainnya adalah fase diam dengan luas permukaan yang tinggi. Fase diam biasanya terdiri dari adsorben halus, contohnya silika (SiO_2), atau alumina (Al_2O_3) yang digunakan dalam bentuk lapisan tipis (sekitar 0,25 mm). Fase gerak terdiri dari pelarut organik yang mudah menguap. Jenis adsorben yang biasa digunakan terdapat pada Tabel 2.8.

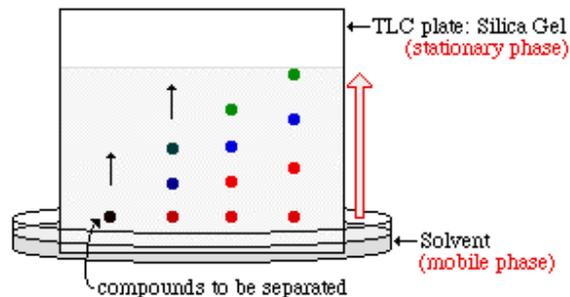
Tabel 2.8. Jenis *adsorbent*

	<i>Adsorbent</i>
Paling Kuat  Paling Lemah	Silika Gel
	Alumunium Oksida
	Magnesium Karbonat
	Kalsium Phospat
	Selulosa

Sumber: (Afiani dan Pratiwi, 2015)

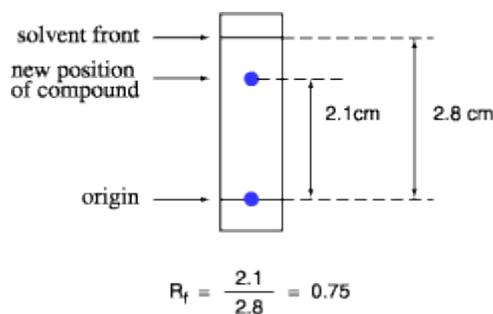
TLC terdiri atas tiga langkah yaitu *spotting*, *development*, dan *visualization*. Pada *spotting*, sampel akan ditotolkan pada plate TLC dalam jumlah yang kecil dengan menggunakan *micropipet*. Pada *development*, senyawa-senyawa dalam sampel akan terelusi dengan kecepatan yang tergantung pada sifat senyawa-senyawa tersebut (kemampuan terikan pada fasa diam dan kemampuan larut dalam fasa gerak). Senyawa non-polar akan lebih sedikit tertarik pada *plate* sehingga akan menghabiskan waktu yang lebih banyak pada fase gerak. Senyawa ini akan bergerak lebih cepat dan muncul lebih dekat dengan puncak dari plate. Sedangkan senyawa polar akan lebih tertarik pada *plate* sehingga akan menghabiskan waktu lebih sedikit pada fase gerak dan akan muncul lebih rendah pada *plate*. Pada visualisasi, *spot-spot* dapat secara langsung diamati setelah proses *development*. Namun karena pada umumnya suatu senyawa tidak berwarna, metode visualisasi dibutuhkan. Misalnya pada silika gel dalam *plate* TLC yang akan menampilkan dark spot di bawah sinar ultraviolet atau dengan menempatkan *plate* pada iodine vapor

dalam beberapa menit. Senyawa-senyawa organik pada umumnya akan membentuk warna gelap kompleks dengan iodin.



Gambar 2.10. Penggambaran Skema TLC

Pada gambar 2.10 dapat dilihat bahwa semakin berjalannya waktu, komponen yang terdapat pada larutan sampel akan terpisah. Pelarut terus bergerak menuju atas dengan prinsip kapilaritas. Komponen berwarna hijau merupakan senyawa yang kurang polar dibandingkan komponen berwarna merah karena lebih dekat dengan puncak *plate*. Sedangkan komponen berwarna merah merupakan senyawa yang lebih polar.



Gambar 2.11. Ilustrasi penentuan Rf

Analisis suatu senyawa dalam TLC biasanya dilakukan dengan dibandingkan terhadap senyawa standarnya. Nilai Rf (*Retardation factor*) digunakan untuk mengkuantitaskan perpindahan dari suatu material sepanjang *plate*. Rf sebanding dengan jarak yang berpindah dari suatu substansi dibagi dengan jarak yang berpindah dari suatu *solvent*. Biasanya nilainya diantara nol dan satu. Umumnya efektif *solvent* memiliki nilai Rf antara 0,3-0,7. Secara ideal, nilai Rf akan sama dari senyawa yang diberikan dengan menggunakan pelarut yang sama. Cara penentuan Rf dapat dilihat pada gambar 2.11. Secara

praktis, perpindahan berdasarkan dari struktur dan ketebalan dari *layer*, jumlah air tersisa, dan efek dari *binding agents*.

Thin Layer Chromatography (TLC) ini adalah analisa kualitatif. Keuntungan dengan menggunakan metode TLC adalah mudah, cepat, dan murah. Namun terkadang juga ada masalah dengan metode ini, misalnya adalah sampel tidak muncul yang kemungkinan dapat disebabkan karena sampel tidak cukup atau dibutuhkan metode visualisasi yang berbeda. Dari penelitian yang telah dilakukan oleh Gunawan dkk., (2008), analisa TLC digunakan untuk mengidentifikasi pemisahan dan pemurnian *squalene* dari minyak kacang kedelai dengan campuran pelarut heksana, etil asetat, dan asam asetat dengan perbandingan volume 95:5:1. Setelah di keringkan, titik/*spot* pada masing-masing *plate* dilihat dengan diberi vapor iodine. TLC juga digunakan untuk analisa kualitatif pemisahan dan pemurnian triasilgliserol dari minyak nyamplung dengan menggunakan fase gerak heksana, etil asetat, dan asam asetat dengan perbandingan volume 90:10:1. Setelah itu, kertas TLC dikeringkan pada suhu ruang, kemudian diwarnai dengan iodine dan gel silika (1/4 sendok teh iodine dan 2 sendok makan gel silika. Untuk membaca kertas TLC menggunakan iodine kertas TLC dipapar dengan sinar UV 366 nm (Aparamarta dkk., 2016).

2.12. Studi Hasil Penelitian Sebelumnya

Penelitian tentang wax yang telah dilakukan diringkas dalam tabel 2.9 berikut ini:

Tabel 2.9. Studi hasil penelitian sebelumnya

Bahan	Prosedur	Hasil	Referensi
Wax mentah dari pengolahan minyak dedak padi	<ul style="list-style-type: none"> - Menghilangkan impurities dengan cara direflux dengan hexane - Wax dilarutkan dalam isopropanol. Kristal wax yang tidak larut disaring dan dikeringkan - <i>Bleaching wax</i> dengan NaBH₄. - Saponifikasi 	<ul style="list-style-type: none"> - Wax dengan kemurnian 99% dan titik leleh 80-83°C - Mengandung ester jenuh yang tersusun atas asam karboksilat C₂₂ dan C₂₄ serta alcohol alifatik C₂₄ hingga C₄₀ 	Vali dkk., 2005
Dedak padi	<ul style="list-style-type: none"> - Ekstraksi lipid nonpolar dari minyak dedak padi - Adsorpsi dengan silica gel. Minyak:silica gel=1:4 (w/w) 	<ul style="list-style-type: none"> - Yield wax sebesar 1,2-1,4% - Mengandung karbon C₄₄ hingga C₆₄. Mayoritas komponen penyusunnya adalah asam karboksilat C₂₂ dan C₂₄, serta alkohol 	Gunawan dkk., 2006

	<ul style="list-style-type: none"> - Ekstraksi soxhlet - Adsorpsi dengan silica gel. Minyak : silica gel = 1:6 (w/w) - Ekstraksi soxhlet - Wax dipisahkan dengan cara dilarutkan dalam aseton lalu disimpan dalam lemari es selama 24 jam dengan suhu 10°C. 	alifatik C24 hingga C40	
Wax mentah dari pengolahan minyak biji matahari	<ul style="list-style-type: none"> - Ekstraksi dengan hexane - Ekstraksi dengan kloroform - Wax diendapkan dengan aseton dingin (1:1) 	<ul style="list-style-type: none"> - Crude wax mengandung refined wax (10-12%) - Komposisi wax adalah wax ester (66%), free fatty alcohol (10%) dan free fatty acids (16%) - ester rantai panjang yang memiliki rentang antara C38 sampai C54. Komponen wax yang paling banyak adalah C40–C44, yaitu lebih dari 50% total 	Kanya dkk., 2007

		wax esters	
Lumpur aktif	<ul style="list-style-type: none"> - Ekstraksi untuk memperoleh <i>crude sludge oil</i> - Pengendapan dengan aseton diperoleh <i>crude slude wax</i> - <i>Pretreatment</i> dengan isopropanol - <i>Bleaching</i> dengan NaBH₄ 	<ul style="list-style-type: none"> - Yield wax yang diperoleh dari lumpur aktif kering yaitu sebesar 2,75% - Wax tersusun atas C46-60 dengan sedikit C37-C43. Hasil analisa asam karboksilat dan alkohol menunjukkan bahwa lumpur aktif disusun oleh komponen utama berupa asam karboksilat C14-C28 dan alkohol C24-C37 dengan sedikit asam karboksilat C16, C18 dan alkohol C32, C34 	Huynh dkk., 2011
Biji sorghum	<ul style="list-style-type: none"> - Ekstraksi dilakukan dengan alat <i>Accelerated Solvent Extraction</i> pada suhu 100°C dan tekanan 1000 psi dengan pelarut diklorometana - Pelarut diuapkan di bawah aliran 	<ul style="list-style-type: none"> - HPLC dapat digunakan untuk analisa dan karakterisasi wax tanpa adanya derivatisasi sampel - Sorghum wax mengandung komponen heterogen yang didominasi C28 dan C30 	Harron dkk., 2017

	nitrogen - Residu dilarutkan kloroform hangat untuk dianalisa dengan HPLC		
--	--	--	--

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Proses pemisahan wax

3.1.1. Proses pemisahan wax dengan batchwise extraction (Aparamarta dkk., 2016)

1. Pemisahan PLF dan NPLF dengan ekstraksi
 - a. Massa minyak = 70 g
 - b. Pelarut yang digunakan = petroleum eter : methanol dengan rasio 75:25 (g/g).
 - c. Rasio pelarut : minyak = 5:1 (g/g).
 - d. Ekstraksi sampai 8 stage
2. Pemisahan wax dari NPLF
 - a. Pelarut yang digunakan adalah aseton
 - b. Rasio NPLF : aseton = 1:40, 1:20, dan 1:10 (g/mL)
 - c. Suhu pemisahan wax = 4°C
3. Identifikasi produk
 - a. Analisa kualitatif wax diuji dengan *Thin Layer Chromatography* (TLC)
 - b. Analisa kuantitatif wax diuji dengan *Gas Chromatography* (GC)

3.1.2. Proses pemisahan wax dengan adsorpsi silica gel

1. Pemisahan PLF dan NPLF dengan adsorpsi silica gel
 - a. Massa minyak = 8 gram
 - b. Volume n-hexane = 100 mL
 - c. Rasio minyak : silica gel = 1:4, 1: 2, 1:1 (g/g)
 - d. Suhu adsorpsi = 50°C
2. Pemisahan wax dari NPLF
 - a. Pelarut yang digunakan adalah aseton
 - b. Rasio NPLF : aseton = 1:40 (g/mL)
 - c. Suhu pemisahan wax = 4 °C
3. Identifikasi produk

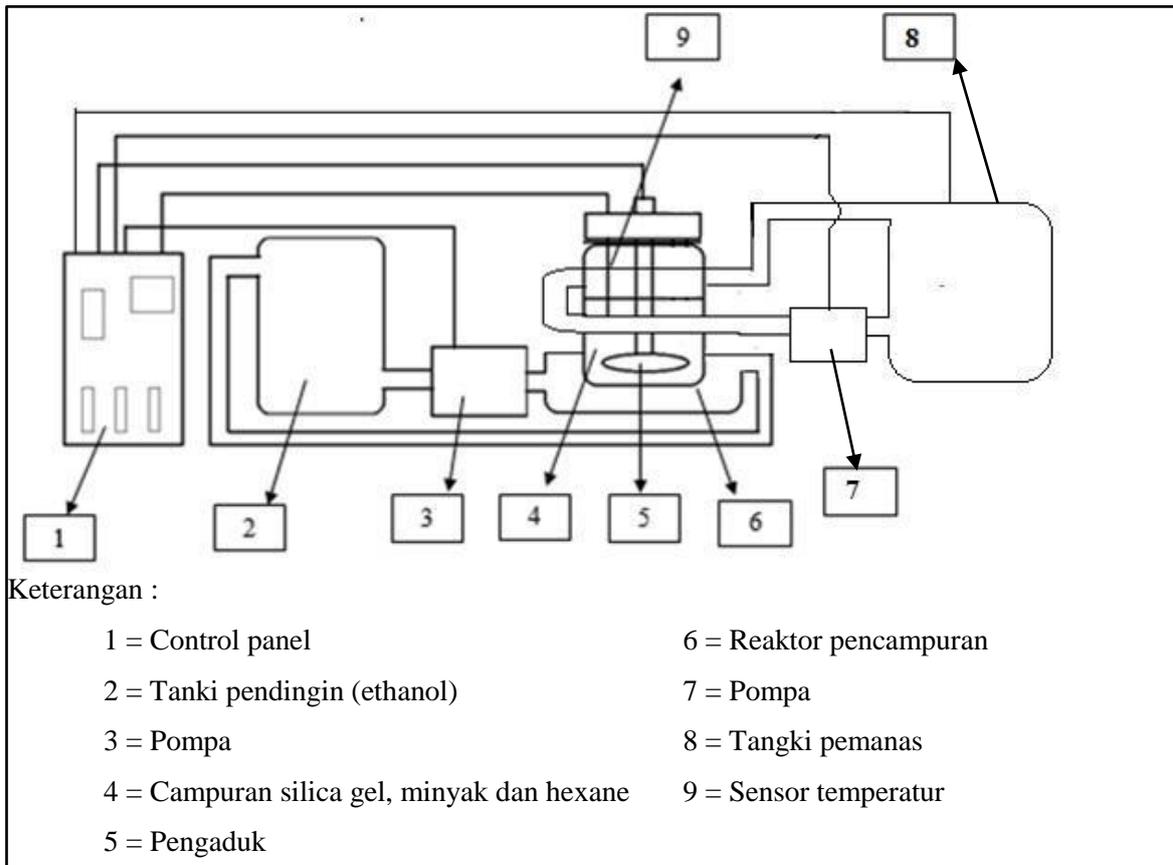
- a. Analisa kualitatif wax diuji dengan *Thin Layer Chromatography* (TLC)
- b. Analisa kuantitatif wax diuji dengan *Gas Chromatography* (GC)

3.2. Bahan dan peralatan

3.2.1. Bahan

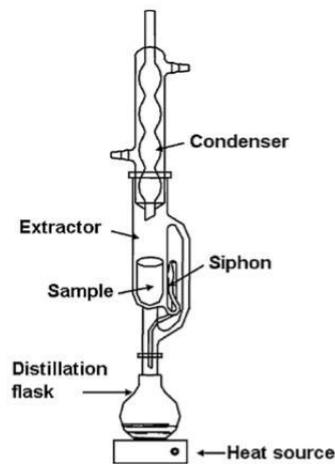
- | | |
|-----------------------|----------------------------------|
| 1. Minyak nyamplung | 7. Heksana |
| 2. Minyak jarak pagar | 8. Etil asetat |
| 3. Petroleum eter | 9. Asam asetat |
| 4. Metanol | 10. Carnauba wax sebagai standar |
| 5. Silica gel | |
| 6. Aseton | |

3.2.2. Peralatan



Gambar 3.1. Rangkaian alat adsorpsi

Rangkaian alat yang ditunjukkan gambar 3.1 merupakan alat adsorpsi pada penelitian ini. Alat tersebut berupa reaktor batch yang dilengkapi jaket pendingin. Reaktor terbuat dari kaca dengan volume 400 mL, jaket pendingin dan jaket pemanas berkapasitas 1,7 L untuk mengontrol temperatur. Stirrer mekanik dengan kecepatan 300 rpm untuk memberikan campuran sempurna, sensor termometer untuk mengetahui temperatur di dalam reaktor. Pendingin yang digunakan di jaket adalah ethanol yang bersirkulasi. Sedangkan pemanas yang digunakan adalah air yang dipanaskan di dalam tangki tersebut.



Gambar 3.2. Rangkaian alat soxhlet extraction (De Castro, 2010)

Alat soxhlet extraction terdiri atas kondensor, ekstraktor, dan labu distilasi seperti pada gambar 3.2. Pada proses ini, terjadi ekstraksi antara fase liquid dan sample yang berupa fase solid (solid-liquid extraction). Pelarut yang berada di labu distilasi diuapkan pada titik didihnya, kemudian uap akan naik melalui saluran menuju ke bagian atas extractor, lalu masuk ke dalam condenser. Di dalam condenser, uap pelarut mengalami kondensasi sehingga uap menetes mengenai sample yang berada dalam ekstraktor. Pelarut tersebut akan melarutkan komponen yang ingin diekstrak dari sample. Sedikit demi sedikit pelarut yang menetes akan memenuhi ruang ekstraktor hingga akhirnya pelarut mengalir kembali ke labu distilasi melalui siphon.

3.3. Metode Penelitian

3.3.1. Bahan Penelitian

Minyak nyamplung diperoleh dari Koperasi Jarak Lestari, yang berada di Cilacap, Jawa Tengah. Minyak jarak pagar diperoleh dari biji jarak pagar yang diperoleh dari Banyuwangi, Jawa Timur. Thin-layer chromatography (TLC) aluminum plates (20 cm × 20 cm × 250 μm) dari Merck (Darmstadt, Germany). Silica gel 60 dari Merck (New York, USA) berukuran 0,063-0,200 mm (ukuran pori 0,74-0,84 ml/g dan luas permukaan 480 - 540 m²/g). Carnauba wax sebagai standar dan bahan-bahan kimia seperti hexane, methanol, petroleum eter, aseton dibeli dari PT. Chemical Indo Multi Sentosa (Surabaya).

3.3.2. Prosedur Penelitian

3.3.2.1. Ekstraksi Minyak Jarak dari Biji Jarak

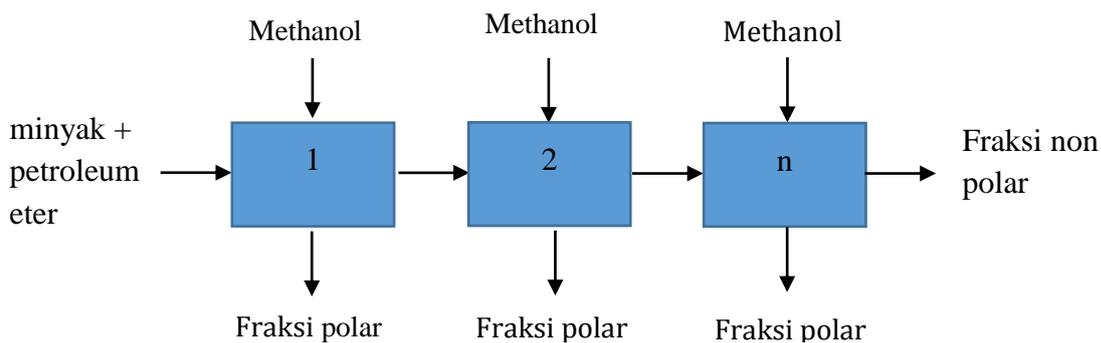
Minyak jarak diperoleh dengan cara mengekstraknya menggunakan metode soxhlet extraction. Biji jarak dijemur di bawah sinar matahari hingga kering. Kemudian di oven dengan suhu 105°C selama 1 jam untuk menghilangkan kadar air yang masih tersisa. Selanjutnya biji jarak dihaluskan dengan blender. Setelah itu dibungkus dengan kertas saring dan dimasukkan ke dalam soxhlet extractor, biji jarak diekstrak selama 6 jam dengan pelarut n-hexane dan suhu 68°C. Selanjutnya pelarut dihilangkan dari minyak hasil ekstraksi dengan cara distilasi.

3.3.2.2. Pemisahan wax dengan metode batchwise extraction

Bahan yang digunakan dalam ekstraksi ini adalah crude minyak nyamplung. Rasio pelarut dan minyak adalah 5:1 (g/g). Pelarut yang dimaksud adalah campuran antara pelarut non polar dan polar dengan rasio 75:25 (g/g). Pelarut polar yang digunakan yaitu methanol dan pelarut non polar yang digunakan adalah petroleum eter. Selanjutnya lipid polar akan terekstrak ke dalam methanol, sedangkan lipid non polar akan terekstrak ke dalam petroleum eter. Ekstraksi dilakukan sampai stage ke-8. Fase metanol kemudian dikumpulkan dan diuapkan untuk mendapatkan fraksi lipid polar (*Polar Lipid Fraction*, PLF)

sedangkan fase PE dikumpulkan dan diuapkan untuk mendapatkan fraksi lipid non-polar (*Non-Polar Lipid Fraction*, NPLF).

Pada penelitian ini, dilakukan proses ekstraksi batchwise *multistage* yang bertujuan untuk lebih memurnikan komponen non-polar dari pengotor-pengotor yang terkandung dalam ekstrak yang lebih bersifat polar dibandingkan dengan kepolaran NPLF yang diharapkan. Proses ekstraksi batchwise multistage ini menggunakan sistem *cross-current* seperti pada gambar 3.3. Sistem ini dikatakan *cross-current* karena menggunakan pelarut polar baru untuk setiap proses ekstraksinya hingga n-stage dan produk yang diharapkan bersifat non-polar akan terikut dalam petroleum eter. Jumlah methanol yang ditambahkan selalu sama yaitu sesuai perbandingan yang digunakan. Fase methanol dari tiap stage dikumpulkan, lalu kandungan methanol diuapkan dengan distilasi pada suhu 67°C.

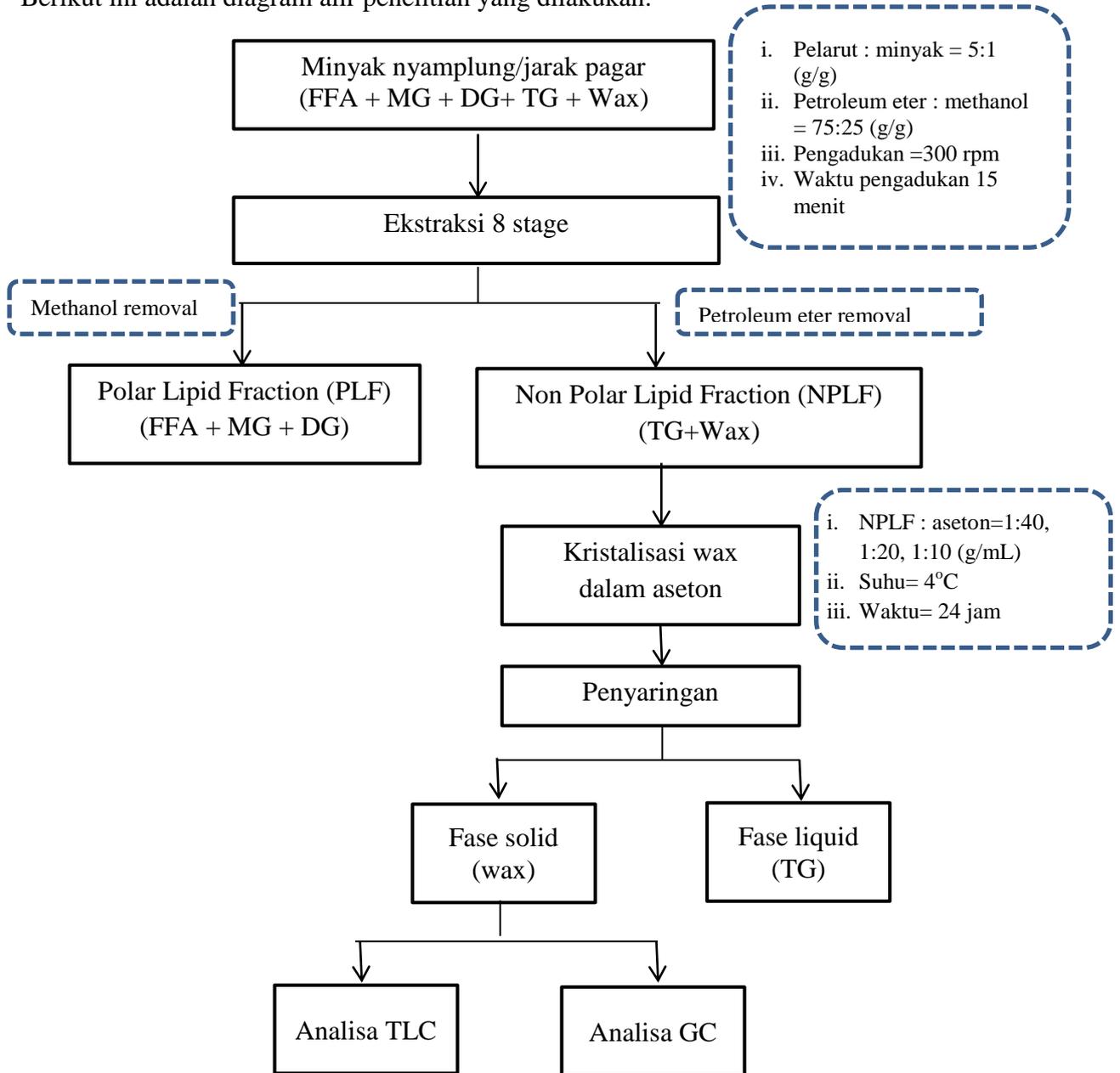


Gambar 3.3. Sistem cross-current pada ekstraksi batchwise multistage

Setelah delapan stage, petroleum eter diuapkan dengan distilasi biasa untuk memperoleh fraksi nonpolar. Kemudian, fraksi nonpolar dilarutkan dalam aseton pada suhu 40°C dengan perbandingan sesuai variabel (1:40, 1:20, 1:10 (g/mL)). Campuran keduanya diaduk dengan magnetik stirrer (300 rpm) selama 15 menit pada suhu ruangan. Kemudian larutan disimpan dalam pendingin pada suhu 4°C selama 24 jam. Penyimpanan lebih dari 24 jam tidak memberikan pengaruh yang signifikan. Sedangkan penyimpanan kurang dari 24 jam menyebabkan endapan belum terbentuk maksimal. Setelah itu, fase liquid dan fase solid yang terbentuk dipisahkan segera dengan kertas saring berukuran standar. Fase solid dicuci dengan aseton dingin (3 x 10 mL) dan disaring. Fase solid

dikeringkan di suhu ruangan dan filtratnya dikumpulkan untuk kemudian dihilangkan dari pelarutnya. Selanjutnya, fase solidnya dianalisa dengan gas kromatografi dan TLC.

Berikut ini adalah diagram alir penelitian yang dilakukan:



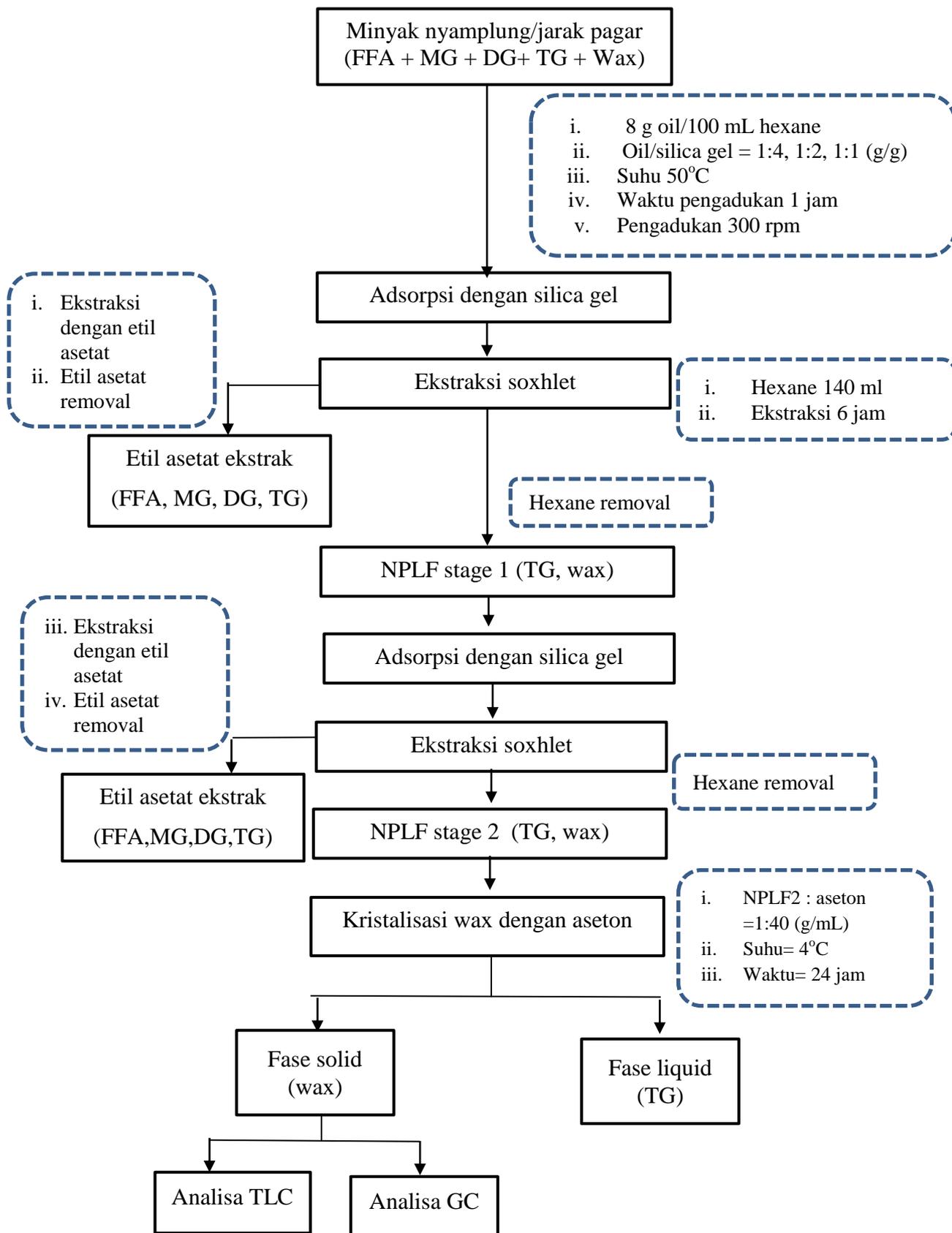
FFA = Free Fatty Acid
 MG = Monogliserida
 DG = Digliserida
 TG = Trigliserida

Gambar 3.4. Diagram alir penelitian ekstraksi batchwise extraction

3.3.2.3. Pemisahan wax dengan adsorpsi silica gel

Metode ini menggunakan minyak sebanyak 8 gram dimasukkan ke dalam wadah pencampuran dalam rangkaian alat adsorpsi. Kemudian ditambahkan 100 mL hexane dan dipanaskan hingga 50°C. Kemudian dimasukkan silica gel sesuai variabel. Campuran diaduk selama 1 jam dengan kecepatan 300 rpm. Setelah itu silica gel dipisahkan dari hexane dengan cara disaring dengan kertas saring biasa, lalu dibungkus dengan kertas saring. Selanjutnya dilakukan ekstraksi menggunakan soxhlet selama 6 jam dengan pelarut hexane pada suhu 68°C. Kemudian hexane diuapkan agar diperoleh hexane ekstrak atau NPLF dari stage 1. NPLF tersebut kemudian diadsorpsi lagi dengan silica gel dengan rasio yang sama di stage 1. Selanjutnya silica gel disoxhlet, kemudian pelarut diuapkan untuk mendapatkan hexane ekstrak dari stage 2 atau disebut NPLF stage 2. Silica gel yang sudah diekstrak dengan hexane selanjutnya diekstrak dengan etil asetat. Ekstrak etil asetat diperoleh dengan menguapkan etil asetat terlebih dahulu dan kemudian disebut PLF.

Tahap selanjutnya yaitu kristalisasi NPLF dari stage 2 dengan menggunakan aseton. NPLF stage 2 dicampur dengan aseton (1:40 g/mL), lalu dipanaskan pada suhu 40°C selama 30 menit. Kemudian campuran disimpan pada suhu 4°C selama 24 jam. Penyimpanan selama lebih dari 24 jam tidak memberikan hasil yang lebih baik. Bila kurang dari 24 jam, endapan yang terbentuk kurang maksimal. Kristal wax atau endapan yang terbentuk dianalisa dengan gas kromatografi dan TLC.



Gambar 3.5. Diagram alir penelitian adsorpsi silica gel

3.4. Analisa

3.4.1. Analisa Gas Chromatography (GC)

Kandungan komponen wax dalam minyak nyamplung dianalisa dengan GC. Kurva kalibrasi standar eksternal diperoleh dengan 0,2-20 mg standard murni. Analisa kromatografi dilakukan pada Shimadzu GC-2010 (Kyoto, Japan) Gas kromatografi yang dilengkapi dengan *Flame Ionization Detector*. Separasi dilakukan dengan DB-5HT (5%-phenyl)-methylpolysiloxane non-polar column (15m x 0,32mm i.d.; Agilent Tech. Palo Alto, California). Temperatur injektor dan detector diset pada suhu 370°C. Temperatur kolom dimulai pada 80 °C, lalu dinaikkan menjadi 305°C dengan laju 15°C/menit, kemudian dinaikkan lagi menjadi 335°C dengan laju 5°C/menit. Lalu temperatur dinaikkan menjadi 365°C dengan laju 15°C/menit. Split ratio 1:50 dengan carrier gas berupa nitrogen. 20 mg sampel dilarutkan dalam 1mL etil asetat, dan 1 µL sampel diambil dan diinjeksikan ke dalam GC.

3.4.2. Analisa Thin Layer Chromatography (TLC)

Tiap fraksi yang didapatkan kemudian diuji kandungan komponennya menggunakan TLC (*Thin Layer Chromatography*). TLC digunakan untuk menguji secara kualitatif. Sebelum dilakukan uji TLC, mula-mula kertas TLC yang telah ditetesi oleh sampel direndam dalam *mobile phase* dengan kadar hexane:etil asetat:asam asetat sebesar 90:10:1 (v/v). Perendaman dalam *mobile phase* dilakukan dalam botol tertutup rapat. Pada saat perendaman, tinggi *mobile phase* tidak diperbolehkan melebihi area yang telah ditentukan pada kertas TLC. Setelah perendaman, kertas TLC kemudian dikeringkan pada suhu ruangan lalu dilakukan pewarnaan menggunakan iodin. Pelat TLC yang telah direndam dalam *mobile phase* tersebut dimasukkan dalam botol yang berisi iodin hingga terbentuk spot-spot pada kertas TLC. Fungsi dari iodin adalah untuk memberi warna pada sampel yang telah ditetaskan pada pelat TLC tersebut. Pada pembacaan pelat TLC, selain menggunakan iodin, dapat juga menggunakan lampu UV, dengan cara setelah setelah pelat TLC direndam dalam *mobile phase*, pelat TLC disinari dengan menggunakan alat UV (UVITEC Cambridge) dengan menggunakan lampu UV gelombang 254 dan 365 nm.

3.4.3. Perhitungan Kemurnian

$$\text{Kemurnian} = \frac{\text{Luas area komponen wax}}{\text{Luas area total dari fase solid}} \times 100\%$$

3.4.4. Perhitungan Yield Wax

$$\text{Yield} = \frac{\% \text{ kemurnian} \times \text{massa solid}}{\text{massa crude oil}} \times 100\%$$

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk melakukan pemisahan wax dari minyak nyamplung dan minyak jarak pagar, mengetahui kondisi terbaik yang digunakan untuk memisahkan wax, mengetahui yield wax yang dapat diisolasi dan persen kemurniannya. Ada dua metode berbeda yang dilakukan untuk memperoleh wax yaitu:

1. Pemisahan wax dengan batchwise extraction (8 stage)
2. Pemisahan wax dengan adsorpsi silica gel

4.1. Pemisahan wax dari minyak nyamplung

Spesifikasi minyak nyamplung yang digunakan sebagai bahan baku dalam penelitian, disajikan dalam tabel 4.1.

Tabel 4.1. Spesifikasi bahan baku minyak nyamplung

Jenis komponen	Kadar (%)		
	Dweck dan Meadow (2002)	Aparamarta dkk., (2016)	Penelitian ini
Trigliserida (TG)	72,46	78,30	68,93
Digliserida (DG)	7,43	5,35	5,68
Monogliserida (MG)	2,55	2,75	7,01
Free Fatty Acid (FFA)	9,16	8,51	10,50
Lainnya ^a	8,41	5,09	7,87

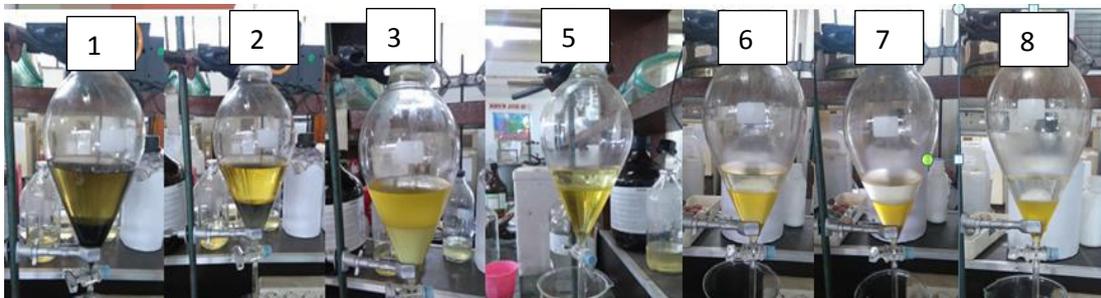
^a Gum, wax, hydrocarbons, coumarins, callophyllolide, phytosterols

4.1.1. Hasil pemisahan wax dengan metode batchwise extraction

Batchwise extraction adalah tahap awal dalam pemisahan wax yang bertujuan untuk memisahkan Polar Lipid Fraction (PLF) dan Non Polar Lipid Fraction (NPLF) yang terkandung dalam crude minyak nyamplung. Ekstraksi dilakukan dengan menggunakan kombinasi pelarut methanol dan petroleum eter. Kedua pelarut tersebut dipilih karena memiliki beda polaritas yang cukup jauh. Methanol adalah senyawa agak polar yang memiliki index polaritas 5,1,

sedangkan petroleum eter adalah pelarut nonpolar dengan index polaritas bernilai nol (Sadek, 2002). Komponen yang diinginkan (wax) tergolong komponen nonpolar dan diharapkan akan terlarut dalam pelarut nonpolar juga.

Penelitian ini menggunakan 70 gram minyak nyamplung yang kemudian dicampur dengan pelarut, di mana rasio minyak banding pelarut adalah 1:5. Pelarut merupakan kombinasi dari petroleum eter dan methanol dengan rasio 75:25 (g/g). Minyak nyamplung yang sudah ditimbang dimasukkan ke dalam beaker glass, lalu ditambahkan petroleum eter dan diaduk selama 15 menit. Tujuannya agar petroleum eter dapat melarutkan komponen nonpolar terlebih dahulu. Kemudian methanol dimasukkan ke dalam campuran dan diaduk lagi selama 15 menit agar komponen yang agak polar dapat larut ke dalam methanol. Campuran tersebut kemudian dipindahkan ke dalam corong pemisah. Setelah dibiarkan 2-3 jam di dalam corong pemisah, minyak nyamplung terbagi ke dalam dua layer. Layer atas adalah petroleum eter dan layer bawah adalah methanol. Hal ini menunjukkan bahwa minyak nyamplung telah terdistribusi ke dalam fraksi petroleum eter dan fraksi methanol. Selanjutnya ekstraksi dilanjutkan ke stage dua.



Gambar 4.1. Ekstraksi yang terjadi dalam corong pemisah dari stage 1 sampai 8

Dari gambar 4.1 terlihat bahwa fraksi methanol dari stage 1 hingga stage 4 berada di layer bawah. Memasuki stage 5, fraksi methanol berpindah posisi menjadi layer atas. Hal ini disebabkan karena adanya perubahan densitas pada tiap stage. Layer petroleum eter memiliki densitas yang lebih rendah daripada layer metanol mulai dari stage 1 sampai stage 4. Sedangkan mulai stage ke-5, layer metanol memiliki densitas yang lebih rendah dari layer petroleum eter. Perubahan densitas ini ditunjukkan oleh tabel 4.2. Di stage pertama, fraksi methanol diambil, lalu diganti dengan methanol yang baru pada stage ke-dua dan begitu

seterusnya. Sehingga komponen polar yang terlarut dalam methanol semakin lama akan berkurang. Sedangkan komponen nonpolar tidak ada yang terbuang sama sekali yang mengakibatkan pada stage 5 terjadi perubahan posisi fraksi methanol dan petroleum eter. Selain itu dapat dilihat bahwa fraksi methanol semakin lama semakin jernih. Hal ini menunjukkan bahwa komponen polar telah berhasil dihilangkan dari fraksi petroleum eter.

Tabel 4.2. Perubahan densitas dari layer pertama sampai ke-lima

Stage ke-	Layer		Densitas (g/mL)	
	Atas	Bawah	Atas	Bawah
1	PE	MeOH	0,7467	0,7838
2	PE	MeOH	0,7481	0,7725
3	PE	MeOH	0,7521	0,7716
4	PE	MeOH	0,7595	0,7698
5	MeOH	PE	0,7369	0,7766

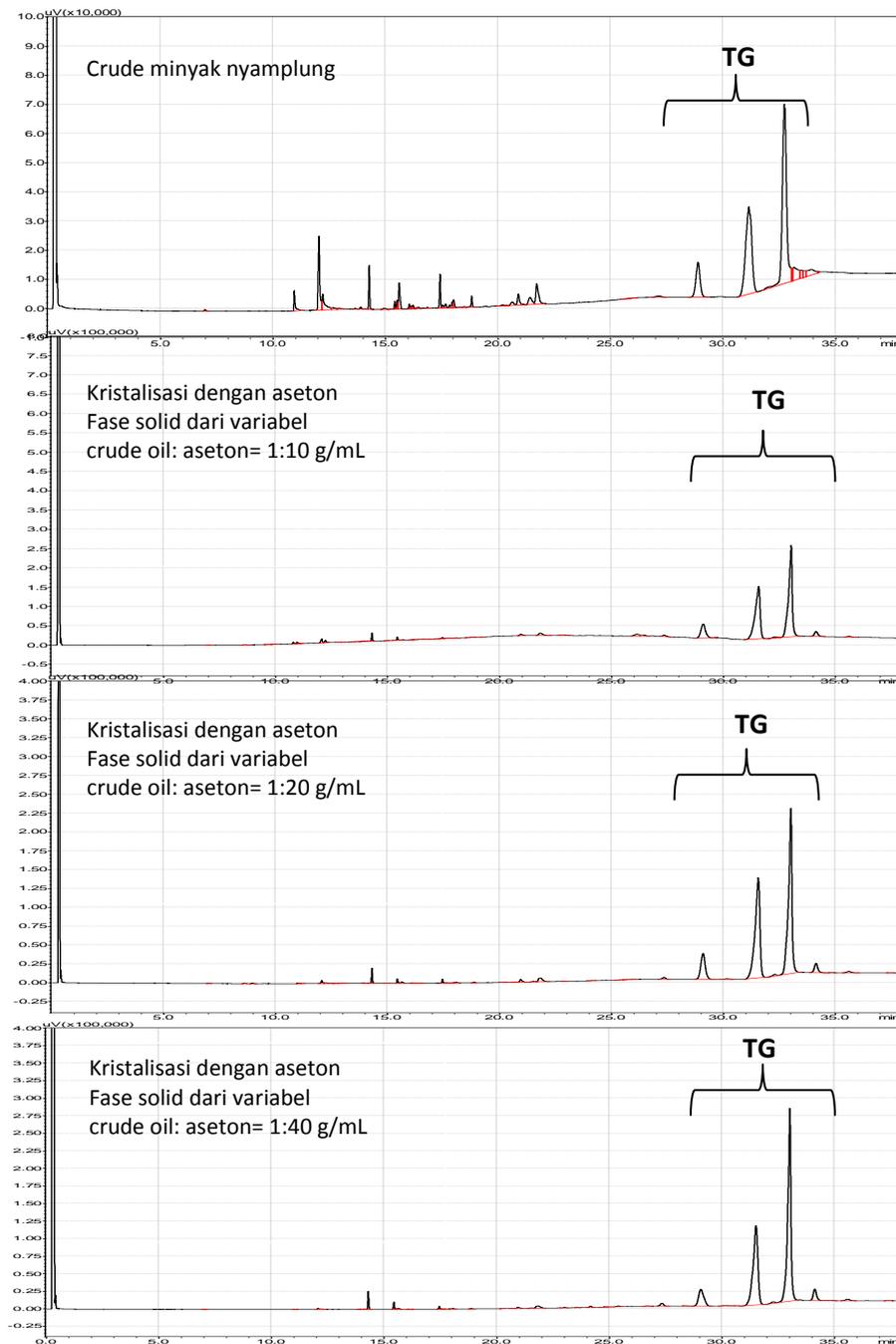
PE = Petroleum eter

MeOH = Metanol

Ekstraksi dilakukan hingga stage ke-8 agar diperoleh trigliserida dengan kadar yang tinggi. Trigliserida adalah komponen yang relatif lebih polar daripada wax (Gunawan dkk., 2006). Sehingga TG dijadikan sebagai acuan bahwa fraksi nonpolar telah terpisah dari fraksi polar dan komponen wax tetap terkandung dalam fraksi nonpolar. Dari hasil penelitian ini diperoleh trigliserida dengan kadar yang cukup tinggi yaitu 93,42%. Hasil ini tidak jauh berbeda dengan hasil penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Aparamarta dkk., (2016) di mana kadar trigliserida yang diperoleh mencapai 98,53%. Perbedaan ini disebabkan akibat perbedaan kadar TG yang ada dalam bahan baku crude oil minyak nyamplung.

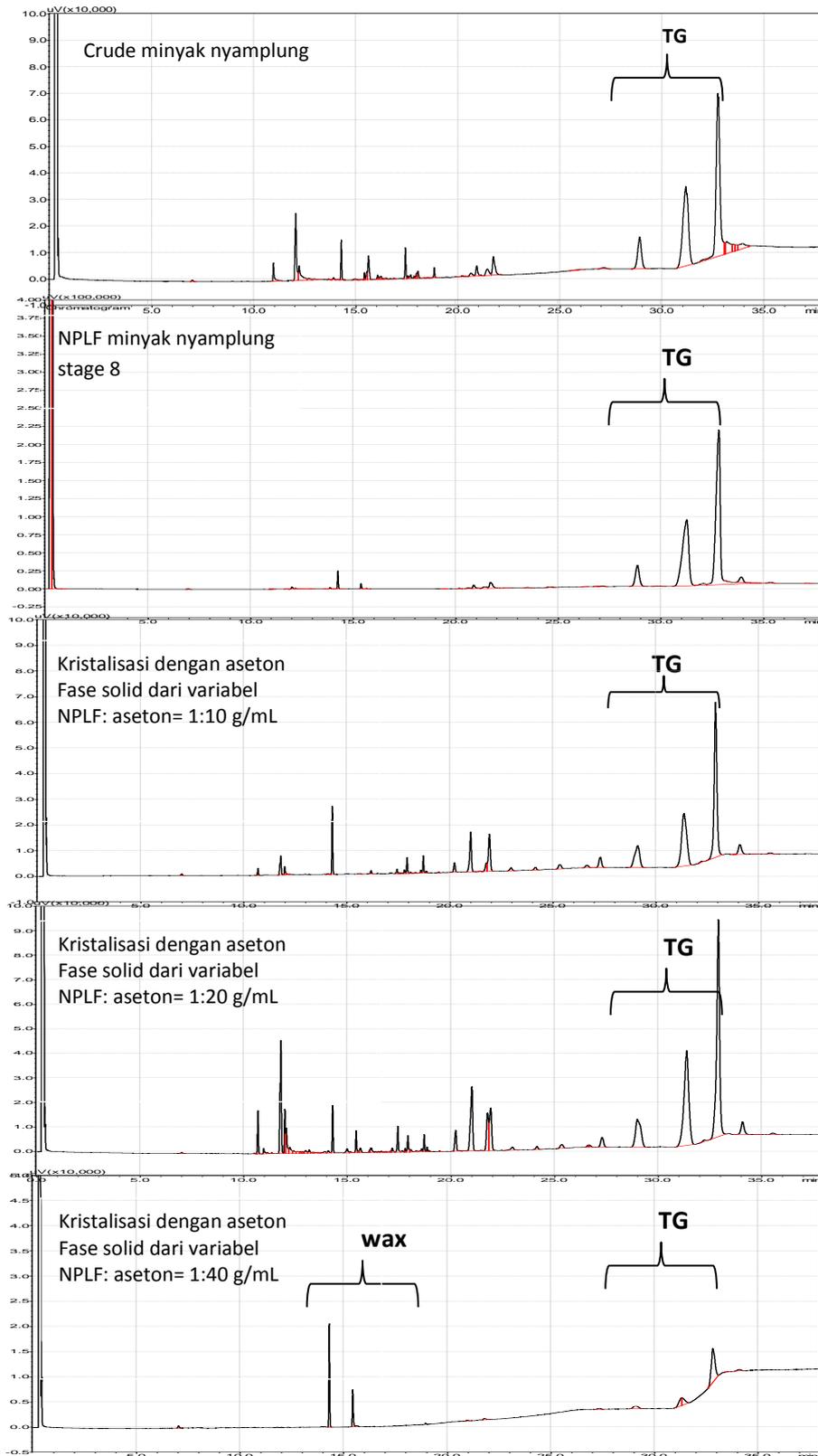
Setelah diperoleh NPLF, selanjutnya dilakukan kristalisasi wax dengan aseton. Kristalisasi wax merupakan bentuk sederhana dari fraksinasi untuk memisahkan minyak menjadi fraksi solid dan liquid. Setelah proses kristalisasi, sifat fisika dan kimia dari minyak tidak mengalami perubahan (Kellens dan Hendrix 2000). Sedangkan aseton dipilih sebagai solvent karena aseton merupakan senyawa ketonik dan wax tidak dapat larut dalam senyawa jenis

tersebut (Gunawan dkk., 2006). Pada penelitian ini, rasio NPLF banding aseton yang digunakan adalah 1:40, 1:20, dan 1:10 (g/mL). Aseton ditambahkan ke dalam NPLF lalu dipanaskan pada suhu 40°C dan diaduk dengan magnetic stirrer dengan kecepatan 300rpm selama 30 menit. Kemudian campuran didinginkan dengan suhu 4°C selama 24 jam untuk mengkristalkan wax secara maksimal. Endapan putih yang terbentuk selanjutnya dipisahkan dari filtratnya dengan kertas saring dan dicuci dengan 3x10 mL aseton. Kemudian hasil dianalisa dengan gas kromatografi dan TLC. Selain itu, dilakukan pula kristalisasi secara langsung dari crude oil tanpa ada ekstraksi batchwise sebagai pembanding kromatogramnya ditunjukkan oleh gambar 4.2.



Gambar 4.2. Hasil analisa GC untuk pemisahan wax dari crude oil

Terlihat dari gambar 4.2. bahwa peak wax belum terdeteksi pada rasio minyak : aseton = 1:10, 1:20, dan 1:40 (g/mL). Sehingga bisa dikatakan bahwa pemisahan belum tepat dan perlu dilakukan langkah awal sebelum dilakukan kristalisasi yaitu dengan melakukan ekstraksi batchwise.



Gambar 4.3. Hasil analisa GC untuk pemisahan wax dari fraksi nonpolar



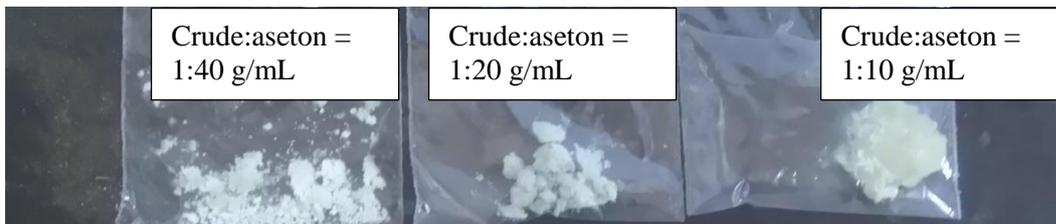
Gambar 4.4. Hasil analisa TLC fase solid variabel 1:40 (g/mL)

Setelah fraksi polar dihilangkan dari crude oil dengan metode batchwise multistage extraction, terlihat bahwa variabel rasio NPLF : aseton sebesar 1:10 dan 1:20 (g/mL) belum bisa mendeteksi wax (ditunjukkan gambar 4.3). Hal ini disebabkan karena trigliserida masih menjadi komponen penyusun utama fase solid yang diperoleh. Sedangkan pada variabel 1:40 (g/mL), jika dilihat dari peak kromatogramnya, kadar TG jauh lebih rendah dari variabel sebelumnya, namun wax yang berhasil diisolasi belum sempurna. Bahkan setelah dilakukan analisa TLC (gambar 4.4) untuk fase solid variabel 1:40 (g/mL), spot wax tidak terlihat.

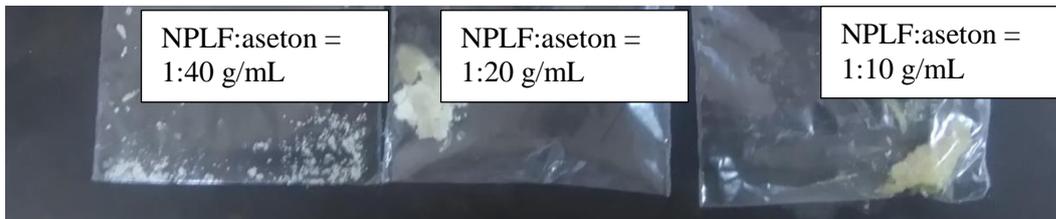
Kandungan wax dalam fase solid yang dihasilkan dari kristalisasi crude oil maupun NPLF belum bisa terdeteksi. Hal ini dikarenakan campuran crude minyak dan aseton (rasio 1:10, 1:20, 1:40) serta campuran NPLF dan aseton (rasio 1:10 dan 1:20) bersifat jenuh terhadap kandungan trigliserida (ditunjukkan gambar 4.3), sehingga trigliserida ikut mengendap bersama dengan wax. Hal ini sesuai dengan literatur bahwa pada saat pengkristalan, wax dan trigliserida dapat mengendap bersama (Kellens dan Hendrix, 2000). Ada dua jenis trigliserida, yaitu dan *unsaturated triglyceride*. *Unsaturated triglyceride* bersifat lebih polar dibandingkan jenis *saturated triglyceride*. Aseton yang bersifat agak polar menyebabkan *saturated triglyceride* lebih mudah mengendap daripada *unsaturated triglyceride*.

Produk dari metode ini ditunjukkan oleh gambar 4.5 dan 4.6. Endapan tersebut berwarna putih, jika dipegang akan terasa berminyak dan mudah larut

dalam solvent etil asetat. Selain itu, PLF yang diperoleh dari fraksi methanol juga dicoba untuk didinginkan dalam aseton dan disimpan pada suhu yang sama. Namun tidak terdeteksi adanya endapan. Dapat dikatakan bahwa pemisahan wax dengan metode ini masih kurang baik. Sehingga diperlukan metode lain agar wax dapat terdeteksi dan diperoleh wax dengan kemurnian yang tinggi.



Gambar 4.5. Fase solid hasil kristalisasi dari crude minyak nyamplung dengan metode batchwise extraction



Gambar 4.6. Fase solid hasil kristalisasi dari NPLF minyak nyamplung dengan metode batchwise extraction

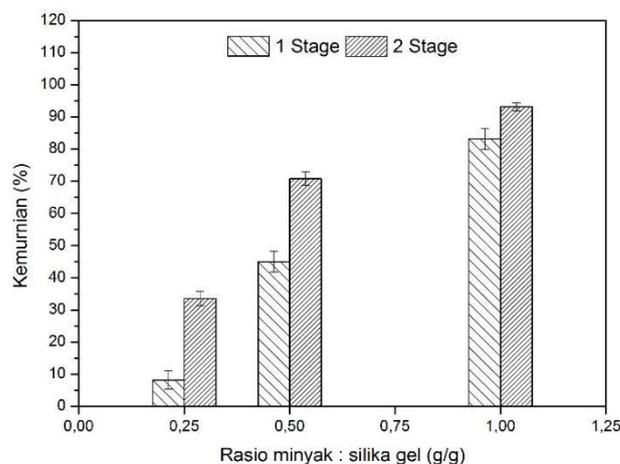
4.1.2. Hasil pemisahan wax dengan metode adsorpsi silica gel

Metode ini menggunakan prinsip adsorpsi-desorpsi dengan silica gel sebagai adsorben. Sebanyak 8 gram crude minyak nyamplung dicampur dengan hexane menghasilkan larutan berwarna hijau. Kemudian pada suhu 50°C ditambahkan 32 gram silica gel. Campuran diaduk dengan magnetic stirrer selama satu jam dengan kecepatan 300 rpm untuk meratakan pengadukan dan mempermudah transfer massa. Setelah selesai, silica gel dipisahkan dari hexane dengan cara disaring secara gravitasi menggunakan kertas saring. Campuran hexane dan crude minyak nyamplung yang semula berwarna hijau, kini berubah warna menjadi jernih. Hal ini disebabkan karena komponen minyak nyamplung telah teradsorp oleh butiran-butiran silica gel. Pada dasarnya silica gel adalah adsorben kuat dan bersifat polar, namun komponen nonpolar juga dapat teradsorp oleh silica gel meskipun ikatannya lemah (Fabian dkk., 2009).

Selanjutnya silica gel dibungkus dengan kertas saring dan dimasukkan ke dalam soxhlet untuk dilakukan ekstraksi selama 6 jam dengan pelarut hexane. Di sini terjadi peristiwa desorpsi, di mana komponen nonpolar yang teradsorp oleh silica gel akan larut terbawa hexane. Kemudian hexane dihilangkan dan diperoleh ekstrak dari hexane yang bisa disebut NPLF stage 1. Komponen polar yang masih terikat kuat pada silica gel diekstrak dengan etil asetat. Lalu etil asetat diuapkan dan diperoleh etil asetat ekstrak atau PLF stage 1.

Komponen yang terdapat dalam NPLF stage 1 diadsorp lagi oleh silica gel seperti pada tahap sebelumnya dengan perbandingan NPLF stage 1 terhadap silica gel yang sama pada stage 1. Tujuan dari tahap ini yaitu agar lebih memurnikan komponen wax yang diinginkan. Setelah itu silica gel diambil untuk diekstrak dengan soxhlet yang ke-dua kali dengan 140 mL pelarut hexane. Setelah ekstraksi selesai dilakukan, hexane diuapkan, dan diperoleh hexane ekstrak yang dapat disebut NPLF stage 2. Silica gel yang sudah diekstrak dengan hexane, selanjutnya diekstrak dengan etil asetat untuk mendapatkan PLF stage 2.

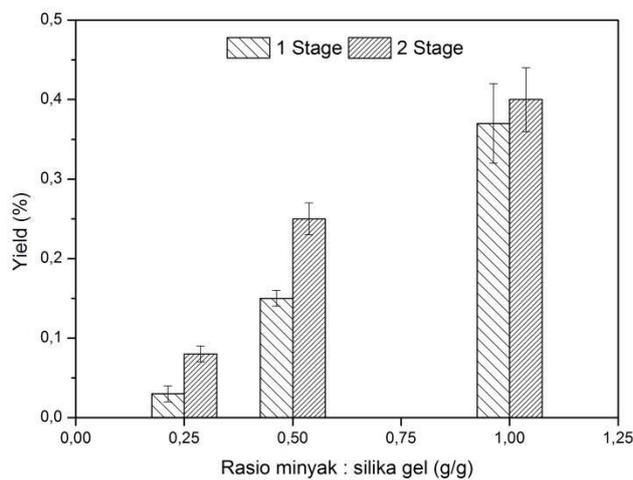
Langkah selanjutnya yaitu mengkristalkan wax dengan mencampurkan NPLF-stage 2 dengan aseton dan campuran disimpan dalam suhu 4°C selama 24 jam. Rasio NPLF-stage2 : aseton yang digunakan adalah 1:40 (g/mL). Endapan putih yang terbentuk selanjutnya dipisahkan dari filtratnya dengan kertas saring dan dicuci dengan 3x10 mL aseton. Kemudian hasil dianalisa dengan gas kromatografi dan TLC.



Gambar 4.7. Hubungan rasio minyak : silika gel dan jumlah stage terhadap kemurnian

Dari gambar 4.7 terlihat bahwa semakin kecil rasio minyak terhadap silica gel, semakin kecil pula kemurnian wax yang diperoleh. Kemurnian wax paling rendah diperoleh dengan rasio minyak terhadap silica gel sebesar 1:4 (g/g) dengan satu stage ($8,22 \pm 2,82$ %) dan kemurnian tertinggi diperoleh dengan rasio 1:1 (g/g) dengan dua stage ($93,20 \pm 1,23$ %). Hal ini disebabkan karena semakin banyak silica gel yang digunakan, semakin banyak pula komponen yang teradsorpsi ke permukaan silica gel. Silica gel adalah adsorben berpori, sehingga semakin banyak jumlah silica gel, semakin luas volume pori yang dapat terisi oleh adsorbat (Suzuki 1991).

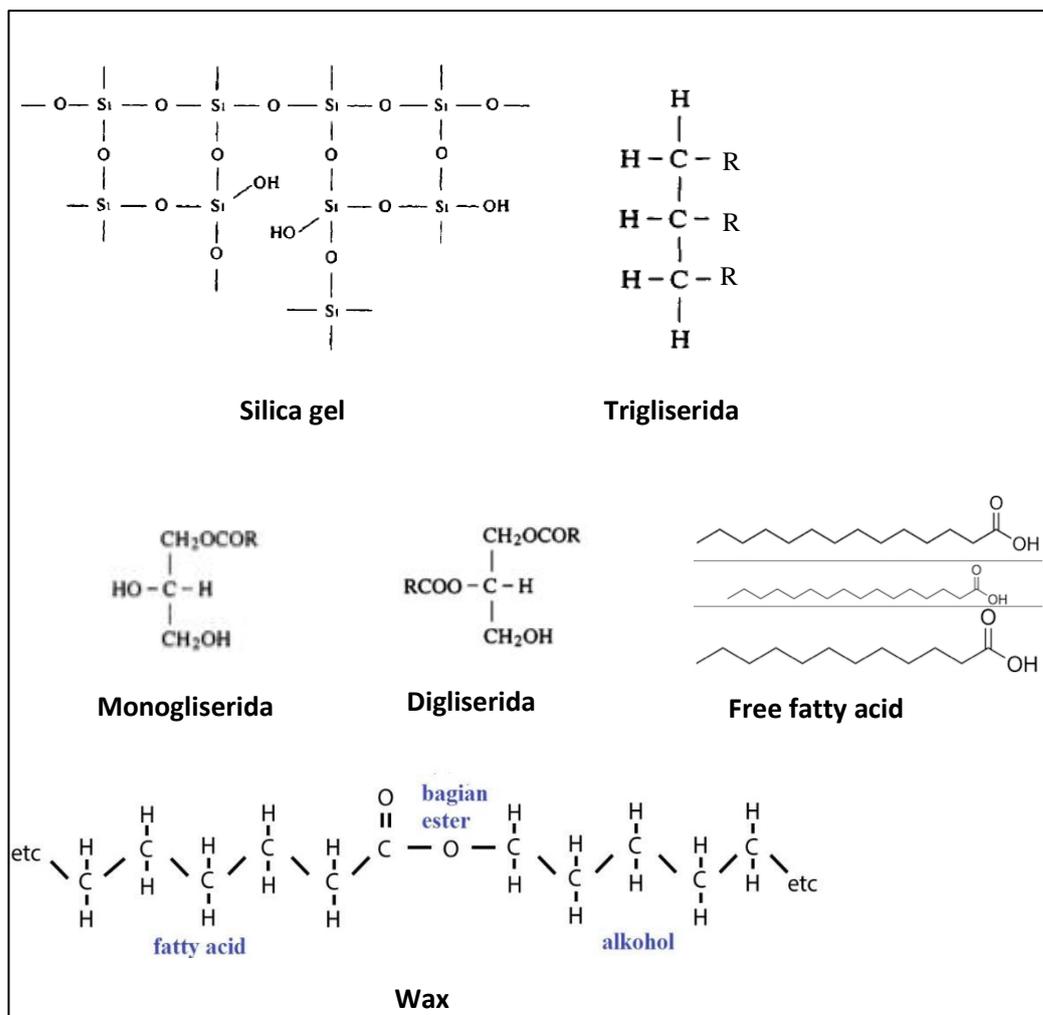
Dari ketiga variabel rasio minyak terhadap silica gel, variabel jumlah stage juga turut berpengaruh dalam kemurnian produk yang dihasilkan. Dua stage dapat menghasilkan produk yang lebih tinggi tingkat kemurniannya dibandingkan hanya satu stage. Peristiwa tersebut terjadi karena dua stage dapat mengurangi kadar trigliserida secara signifikan dan juga komponen lain yang tidak diinginkan. Kadar trigliserida yang rendah dapat mengurangi kemungkinan pengendapan trigliserida di tahap pengkristalan wax dalam solven aseton (Kellens dan Hendrix 2000).



Gambar 4.8. Hubungan rasio minyak : silica gel dan jumlah stage terhadap yield

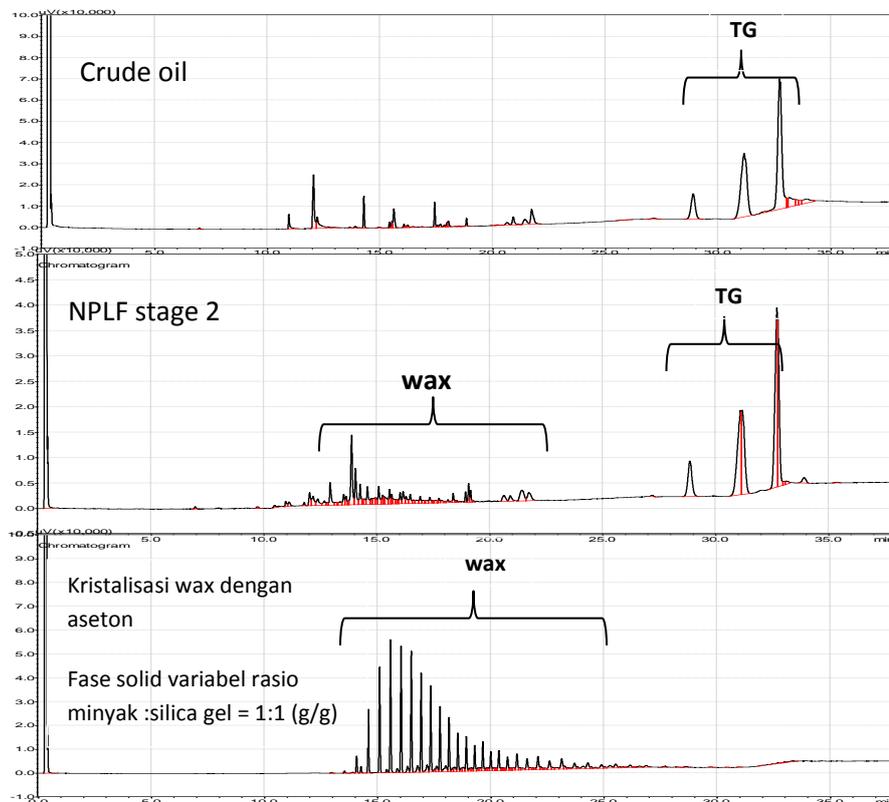
Secara umum, hubungan rasio minyak : silica gel dan jumlah stage terhadap yield yaitu semakin besar rasionya dan jumlah stage, maka wax yang diperoleh akan semakin banyak (gambar 4.8). Yield paling rendah diperoleh dari

rasio 1:4 (g/mL) pada satu stage ($0,03 \pm 0,01$ %) dan yield tertinggi diperoleh dari rasio 1:1 (g/mL) pada dua stage ($0,4 \pm 0,04$ %). Hasil ini sebanding dengan nilai kemurnian, di mana semakin tinggi nilai yield yang diperoleh, semakin tinggi pula kemurniannya. Hal ini disebabkan karena semakin banyak silica gel yang digunakan, semakin banyak pula komponen yang teradsorp ke permukaan silica gel. Silica gel adalah adsorben berpori, sehingga semakin banyak jumlah silica gel, semakin luas volume pori yang dapat terisi oleh adsorbat (Suzuki, 1991). Rasio lebih dari 1 (g/g) dan jumlah stage lebih dari 3 tidak memberikan hasil yang lebih baik karena tidak terbentuk endapan. Selain itu jumlah stage yang terlalu banyak dinilai tidak efisien mengingat yield terbaik yang dihasilkan juga tidak terlalu besar.

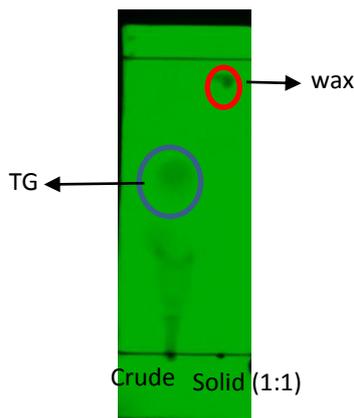


Gambar 4.9. Perbandingan struktur komponen

Ditunjukkan oleh gambar 4.9 bahwa silica gel memiliki gugus hydroxil yang menyebabkannya bersifat polar. Sedangkan trigliserida (gliserin yang berikatan dengan tiga asam lemak) tidak memiliki gugus OH dan rantai panjangnya banyak tersusun atas atom C dan H. Begitu pula dengan struktur wax. Pada wax, asam lemak dan alkohol saling berikatan membentuk ester, menyebabkan tidak adanya gugus OH. Hal ini berbeda dengan asam lemak bebas (free fatty acid) yang memiliki gugus OH di ujung rantainya, serta digliserida dan monogliserida yang memiliki satu atau dua gugus OH di badan gliserin. Seperti pada prinsip “like dissolve like”, senyawa polar akan lebih menyukai senyawa polar dan senyawa nonpolar lebih menyukai senyawa nonpolar. Oleh karenanya, saat desorpsi terjadi, trigliserida dan wax akan lebih mudah terlepas dari permukaan silica gel dan cenderung untuk larut dalam hexane yang juga bersifat nonpolar. Sedangkan asam lemak bebas, digliserida, dan monogliserida lebih menempel pada permukaan silica gel. Hasil analisa pemisahan secara gas kromatografi dan TLC dapat dilihat di gambar 4.10 dan 4.11.



Gambar 4.10. Hasil analisa GC untuk pemisahan dengan metode adsorpsi silica gel



Gambar 4.11. Hasil analisa TLC untuk fase solid dari variabel rasio 1:1(g/g) pada dua stage

Analisa TLC pada gambar 4.11 telah mengkonfirmasi bahwa solid yang diperoleh memiliki satu spot saja. Berbeda dengan crude minyak yang memiliki banyak spot karena komponen di dalamnya yang bervariasi. Ini artinya solid yang diperoleh memiliki kadar wax yang cukup tinggi. Hasil analisa juga sudah sesuai dengan sifat wax yang lebih non polar daripada trigliserida. Sebab spot yang terbentuk berada di atas spot trigliserida.



Gambar 4.12. Fase solid wax minyak nyamplung hasil isolasi dengan adsorpsi silica gel

Nilai yield dari penelitian ini lebih sedikit apabila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yang menggunakan bahan baku rice bran oil ($1,33 \pm 0,22$ %) (Gunawan dkk., 2006). Wax yang diperoleh dari metode adsorpsi silica gel ditunjukkan oleh gambar 4.12. Wax berwarna putih, jika dipegang tidak terasa berminyak, dan tidak dapat larut dalam solvent (etil asetat) pada suhu ruangan. Wax tersebut larut dalam etil asetat pada suhu 50°C seperti yang ditunjukkan oleh gambar 4.13 dan gambar 4.14. Hal ini sesuai dengan sifat wax yang dapat larut dalam solvent pada suhu $45-50^{\circ}\text{C}$ (Gunawan dkk., 2008).



(a) (b)

Gambar 4.13. (a) Wax hasil isolasi dengan adsorpsi silica gel, (b) Carnauba wax sebagai standar. Keduanya dalam etil asetat dan pada suhu ruang.

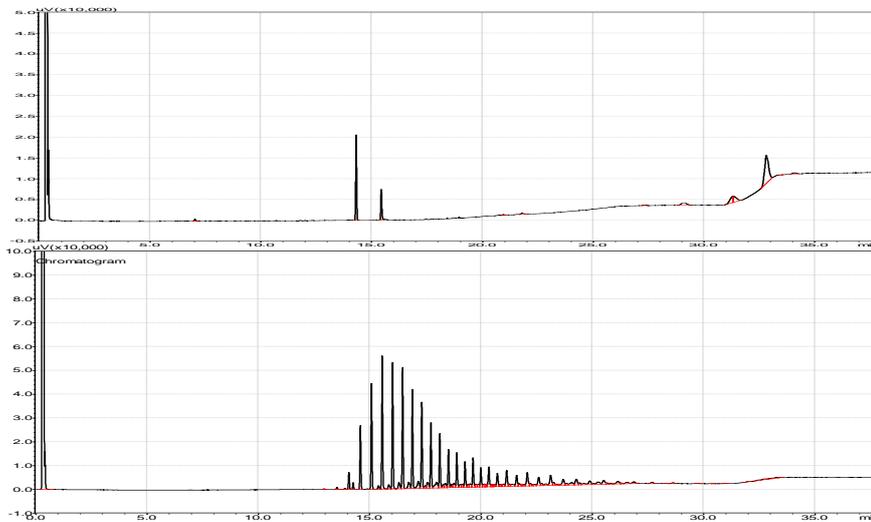


(a) (b)

Gambar 4.14. (a) Wax hasil isolasi dengan adsorpsi silica gel, (b) Carnauba wax sebagai standar. Keduanya dalam etil asetat dan dipanaskan pada suhu 50°C.

Selain itu, untuk memastikan apakah wax ada yang tertinggal di dalam PLF, maka ekstrak etil asetat juga diperlakukan sama dengan NPLF-stage 2, yaitu ditambahkan aseton dan didinginkan pada suhu 4°C. Baik PLF-stage 1 maupun PLF-stage 2 menunjukkan tidak adanya endapan putih atau wax. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pemisahan wax dengan adsorpsi silica gel berhasil dilakukan.

4.2. Perbandingan hasil isolasi kedua metode



Gambar 4.15 Perbandingan kromatogram wax hasil kedua metode

Secara fisik, wax hasil isolasi dengan metode batch-wise extraction lebih berminyak dan secara kuantitas endpaannya lebih banyak dibandingkan wax hasil adsorpsi silica gel. Namun, kadar kemurnian wax dalam endapan dari hasil metode silica gel jauh lebih murni. Selain itu, hasil analisa gas kromatografi pada gambar 4.15 menunjukkan bahwa adsorpsi silica gel dapat mengisolasi lebih banyak jenis wax daripada metode batchwise extraction. Wax merupakan senyawa gabungan antara alkohol rantai panjang dan asam karboksilat rantai panjang yang memiliki rantai C dengan panjang yang beragam. Oleh karena itu, secara kuantitas dan kualitas, hasil isolasi dari metode adsorpsi silica gel adalah yang terbaik.

Wax terbaik yang diperoleh memiliki kemurnian 93,2%, sedang sisanya sebanyak 6,8% adalah impuritis yang terdiri dari trigliserol dan hidrokarbon. Menurut Huynh dkk. (2011), keberadaan wax umumnya disertai dengan senyawa seperti hidrokarbon, strol ester, aldehyd alifatik, keton dan trigileserol. Keberadaan zat impurities dalam wax dapat mempengaruhi sifat fisik dan sifat kimia wax tersebut, misalnya titik leleh, tekstur, viskositas dan kelarutan.

4.3 Pemisahan wax dari jarak pagar

Menurut Berchmans dan Hirata (2008), minyak jarak pagar mengandung FFA sebanyak 14,9%. Namun persentase trigliserida, digliserida, monogliserida

dan lainnya masih belum diketahui. Menurut Akbar dkk., (2009), kandungan FFA sebesar 2,23%, sedangkan kadar trigliserida, digliserida, monogliserida dan komponen bioaktif lainnya tidak diketahui.

Tabel 4.3. Spesifikasi bahan baku minyak jarak pagar

Jenis komponen	Penelitian ini (%)
Trigliserida (TG)	73.30
Digliserida (DG)	5.15
Monogliserida (MG)	0.48
Free Fatty Acid (FFA)	12.16
Lainnya	8.89

Metode dan variabel terbaik dari pemisahan minyak nyamplung, selanjutnya diterapkan untuk memisahkan wax minyak jarak pagar. Namun, wax dalam minyak jarak pagar belum dapat terdeteksi. Secara sederhana, Kongkasawan dan Capareda (2012) menyebutkan bahwa minyak dari tanaman biasanya mengandung wax yang dapat menyebabkan timbulnya endapan saat minyak tersebut didinginkan. Berbeda dengan hal tersebut, minyak jarak pagar tidak menunjukkan adanya endapan meski telah didinginkan selama 24 jam dalam aseton dan suhu 4°C. Sehingga hasil pemisahan wax-nya pun tidak bisa diperoleh. Peristiwa ini dapat disebabkan karena keberadaan wax dalam minyak biji jarak pagar cukup insignifikan dan variasi genetik serta komposisi minyak jarak sangat beragam (Kumar dan Sharma 2008).

BAB 5

KESIMPULAN

Adapun hal-hal yang dapat disimpulkan dari hasil penelitian ini adalah:

1. Metode ekstraksi batchwise extraction tidak dapat diaplikasikan untuk memisahkan wax dari crude minyak nyamplung
2. Wax dari crude minyak nyamplung berhasil dipisahkan dengan metode adsorpsi silica gel menggunakan rasio minyak terhadap silica gel sebesar 1:1 (g/g) dan dengan 2 stage adsorpsi. Pengkristalan wax dilakukan dengan menggunakan rasio NPLF terhadap aseton sebesar 1:40 g/mL dan didinginkan pada suhu 4°C selama 24 jam.
3. Yield wax minyak nyamplung yang berhasil diperoleh dari metode adsorpsi silica gel adalah 0,4 % dan persen kemurniannya adalah 93,2 %.
4. Wax jarak pagar belum bisa terisolasi dengan metode batchwise extraction maupun adsorpsi silica gel.

DAFTAR PUSTAKA

- Afiani, Fika M. & Pratiwi, Anggie P., 2015. Pemisahan dan Pemurnian Bioactive Compound dari Fraksi Polar Minyak Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*). Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Ajayi, I.A., 2009. Comparative Study of the Fatty Acid Composition of Some Seed Oils from Nigeria. *The African Journal of Plant Science and Biotechnology*, 3(1), pp.59–62.
- Akbar, E., Yaakob, Z., Kamarudin, S.K., Ismail, M., & Salimon, J., 2009. Characteristic and composition of *Jatropha curcas* oil seed from Malaysia and its potential as biodiesel feedstock. *European Journal of Scientific Research*, 29 (3), pp.396-403.
- Aparamarta, H.W., Saputra, T., Claratika, A., Ju, Y.H., & Gunawan, S., 2016. Separation and Purification of Triacylglycerols from Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) Oil by Batchwise Solvent Extraction. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 55(11), pp.3113–3119.
- Aparamarta, H.W., Anggraini, D., Istianingsih, D., Susanto, D.F., Widjaja, A., Ju, Y.H., & Gunawan, S., 2017. Fatty Acid Fragmentation of Triacylglycerol Isolated From Crude Nyamplung Oil. AIP Conference Proceeding at International Seminar on Fundamental and Application of Chemical Engineering 2016. AIP Publisher, pp. 1–8.
- Atabani, A.E. & César, S., 2014. *Calophyllum inophyllum* L . – A prospective non-edible biodiesel feedstock . Study of biodiesel production , properties , fatty acid composition , blending and engine performance. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 37, pp.644–655. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.rser.2014.05.037>.
- Berchmans, H.J. & Hirata, S. 2008. Biodiesel production from crude *Jatropha curcas* L. seed oil with a high content of free fatty acid. *Bioresource*

Technology, 99, pp.1716-1721.

Chavan, S.B., Kumbhar, R.R. & Desmukh, R.B.. 2013. Calophyllum inophyllum Linn ("honne") Oil, A source for Biodiesel Production. *Research Journal of Chemical Sciences*, 3(11), pp.24-31.

Day, R.A. & Underwood, A.L., 2002. Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam. Jakarta: Erlangga.

De Castro, M.D.L. & Priego-Capote, F., 2010. Soxhlet extraction: present and past panacea. *Journal of Chromatography A*, 1217 (6), pp.2383-2389.

Dweck, A.C. & Meadows, T., 2002. Tamanu (Calophyllum inophyllum) – the African, Asian, Polynesian and Pacific Panacea. *International Journal of Cosmetic Science*, 24, pp.1–8.

Endlein, E. & Peleikis, K.H., 2011. Natural Waxes - Properties, Compositions, and Applications. *International Journal for Applied Science*, 4, pp.1–8.

Fabian, C., Gunawan, S., Kasim, N.S., Chiang, C.L., & Ju, Y.H., 2009. Separation of Nonpolar Lipid from Soybean Oil Deodorizer Distillate by Stirred Batch-Wise Silica Gel Adsorption-Desorption. *Separation Science and Technology*, 44(7), pp.1621–1637.

Fadhlullah, M., Widiyanto, S.N.B. & Restiawaty, E., 2015. The potential of nyamplung (Calophyllum inophyllum L.) seed oil as biodiesel feedstock: Effect of seed moisture content and particle size on oil yield. *Energy Procedia*, 68, pp.177–185.

Fessenden, R.J. & Fessenden, J.S., 1992. Kimia Organik Edisi Ketiga. Jakarta: Erlangga.

Friday, J.B. & Okano, D., 2006. Calophyllum inophyllum (kamani). *Species Profiles for Pacific Island Agroforestry*, (Sastry 1990), pp.357–359.

Giesen, W., Wulffraat, S., Zieren, M., & Scholten, L., 2006. *Mangrove Guidebook for Southeast Asia*, Bangkok: FAO and Wetlands International Dharmasarn

Co, Ltd.

- Giri, C., Ochieng, L., Tieszen, L.L., Zhu, Z., Singh, A., Loveland, T., Masek, J., & Duke, N., 2011. Status and distribution of mangrove forests of the world using earth observation satellite data. *Global Ecology and Biogeography*, 20(1), pp.154–159.
- Gunawan, S., Aparamarta, H.W. & Ju, Y.-H., 2018. Utilization Of Calophyllum Inophyllum Seed Oil. In N. K. D. Hong, ed. *Seed Oil: Production, Uses, and Benefits*. New York: Nova Science Publishers, Inc, pp. 111–143.
- Gunawan, S., Fabian, C. & Ju, Y., 2008. Isolation and Purification of Fatty Acid Steryl Esters from Soybean Oil Deodorizer Distillate. *Industrial Engineering Chemical Research*, 47, pp.7013–7018.
- Gunawan, S., Vali, S.R. & Ju, Y.-H., 2006. Purification and identification of rice bran oil fatty acid steryl and wax esters. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 83(5), pp.1–8.
- Harron, A.F., Powell, J., Nunez, A., & Moreau, R.A., 2017. Analysis of sorghum wax and carnauba wax by reversed phase liquid chromatography mass spectrometry. *Industrial Crops and Products*, 98, pp. 116-129.
- Hemavathy, J. & Prabhakar, J. V., 1990. Lipid composition of Calophyllum inophyllum kernel. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 67(12), pp.955–957.
- Heyne, K. 1987. *Tumbuhan Berguna Indonesia Jilid 3*. Jakarta: Departemen Kehutanan.
- Huynh, L., Do, Q.D., Kasim, N.S., & Ju, Y.H., 2011. Analysis of wax esters from activated sludge. *Bioresource Technology*, 102(20), pp.9518–9523. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2011.08.005>.
- Islam, A.K.M.A., Yaakob, Z. & Anuar, N., 2011. *Jatropha : A multipurpose plant with considerable potential for the tropics*. *Scientific Research and Essays*,

6(13), pp. 2597-2605

- Kanya, T.C.S., Rao, L.J. & Sastry, M.C.S., 2007. Characterization of wax esters , free fatty alcohols and free fatty acids of crude wax from sunflower seed oil refineries, *Food Chemistry*, 101, pp.1552–1557.
- Kellens, M. & Hendrix, M., 2000. Chapter 11. In *Introduction to Fats and Oils Technology*. Champaign, Illinois, USA: AOCS PRESS, pp. 194–207.
- Kibazohi, O. & Sangwan, R.S., 2011. Vegetable oil production potential from *Jatropha curcas*, *Croton megalocarpus*, *Aleurites moluccana*, *Moringa oleifera* and *Pachira glabra* : Assessment of renewable energy resources for bio-energy production in Africa. *Biomass and Bioenergy*, 35(3), pp.1352–1356. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/j.biombioe.2010.12.048>.
- Kumar, A. & Sharma, S., 2008. An evaluation of multipurpose oil seed crop for industrial uses (*Jatropha curcas* L .): A review. *Industrial Crops and Products*, 28, pp.1–10.
- Leksono, B., Windyarini, E. & Hasnah, T.M., 2014. Budidaya Nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L.) untuk Bioenergi dan Prospek Pemanfaatan Lainnya, Bogor: IPB Press.
- Ling, K.H., Kian, C.T. & Hoon, T.C., 2006. A Guide To Medicinal Plants, Singapore: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.
- Lyubchik, S., Lyubchik, A., Lygina, O., Lyubchik, S., & Fonseca, I. 2011. Comparison of the Thermodynamic Parameters Estimation for the Adsorption Process of the Metals from Liquid Phase on Activated Carbons. In *Thermodynamics - Interaction Studies - Solids, Liquids and Gases*, Dr. Juan Carlos Moreno. InTech, pp. 95–122.
- Misra, S., Datta, A.K., Chattopadhyay, S., Choudhury, A., & Ghosh, A., 1987. Hydrocarbons and wax esters from seven species of mangrove leaves. *Phytochemistry*, 26(12), pp.3265–3268.

- Ong, H.C., Mahlia, T.M.I., Masjuki, H.H., & Norhasyina, R.S., 2011. Comparison of palm oil, *Jatropha curcas* and *Calophyllum inophyllum* for biodiesel: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 15(8), pp.3501–3515.
- Orwa, C., Mutua, A., Kindt, R., Jamnadass, R., & Anthony, S., 2009. Agroforestry Database: a tree reference and selection guide version 4.0, pp.1–5. (<http://www.worldagroforestry.org/sites/treedbs/treedatabases.asp>)
- Saadaoui, E., Martin, J.J., Gazel, N., & Cervantes E., 2016. Seeds of *Jatropha curcas* L.: Diversity, Yield, Quality, Storage, and Germination. In M. Maira Rubi Segura-Campos and David Betancur Ancona (Universidad Autonoma de Yucatan, Yucatan, ed. *The Promising Future of Jatropha curcas: Properties and Potential Application*. New York: Nova Science Publishers, pp. 1-14.
- Sadek, P.C., 2002. The HPLC Solvent Guide 2nd Edition, New York: Wiley of Interscience.
- Santoso, B.B., 2010. Deskripsi Botani Jarak Pagar *Jatropha curcas* L., Mataram: Arga Puji Press.
- Susanto, D.F., Aparamarta, H.W., Widjaja, A., Gunawan, S., 2017. Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 7(9), pp.773–781.
- Suzuki, M., 1991. Adsorption engineering, Tokyo, Jepang: Kodansha, Ltd.
- Tinto, W.F., Elufioye, T.O. & Roach, J., 2017. *Chapter 22. Waxes*, Elsevier Inc. Available at: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-802104-0.00022-6>.
- Vali, S.R., Kaimal, T.N.B., Chern, Y.T., & Ju, Y.H., 2005. A process for the preparation of food-grade rice bran wax and the determination of its composition. *JAACS, Journal of the American Oil Chemists' Society*, 82(1), pp.57–64.
- Venkanna, B.K. & Reddy, C. V., 2009. Biodiesel production and optimization

from *Calophyllum inophyllum* linn oil (honne oil) - A three stage method.
Bioresource Technology, 100(21), pp.5122–5125.

Wan, P.J., 2000. Properties of Fats and Oils. In *Introduction to Fats and Oil Technology*. AOCS PRESS, pp. 20–48.

Wilkie, M.L. & Fortuna, S., 2003. *FAO's database on mangrove area est rest. Rome: Resources Assessment Working Paper No.62.*

Yunitasari, E.P. & Arani, I., 2008. Pengaruh Jenis Solvent Dan Variasi Tray Pada Pengambilan Minyak Nyamplung dengan Metode Ekstraksi Kolom.
Semarang: Universitas Diponegoro.

LAMPIRAN A

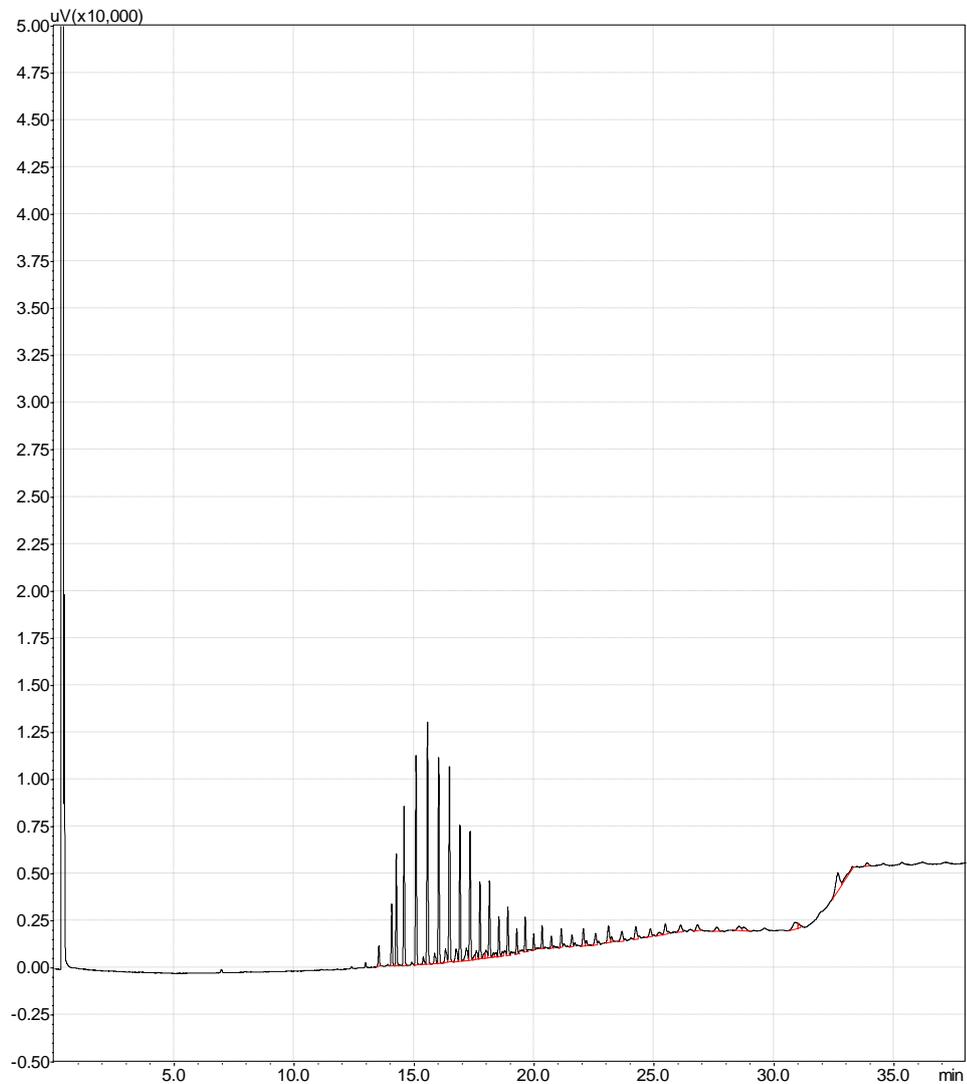
APPENDIKS

1. Perhitungan Kemurnian wax

Kemurnian sampel yang berupa fase solid hasil kristalisasi diperoleh dari hasil analisa *Gas Chromatography* (GC).

$$\text{Kemurnian} = \frac{\text{Luas area komponen wax}}{\text{Luas area total dari fase solid}} \times 100\%$$

Dari hasil analisa GC, diperoleh kromatogram dan data berikut ini:



Peak#	Area	Ret.Time	Conc.	Area%	Height
1	3523,1	13,53	0,88907	0,8891	1078,8
2	9722,4	14,064	2,4535	2,4535	3281,5
3	17255,4	14,255	4,35448	4,3545	5940,2
4	26125,1	14,579	6,59279	6,5928	8406,5
5	32760,2	15,078	8,2672	8,2672	11034,9
6	1552,4	15,381	0,39176	0,3918	387,4
7	41044,3	15,557	10,35771	10,3577	12831,4
8	2494,9	15,851	0,6296	0,6296	539,4
9	32499,9	16,023	8,20151	8,2015	10865,3
10	3762	16,306	0,94935	0,9493	711,7
11	33561,9	16,47	8,46951	8,4695	10333,1
12	3807,1	16,743	0,96075	0,9608	669,8
13	21745,9	16,908	5,48768	5,4877	7175,7
14	4230,5	17,173	1,06759	1,0676	662,4
15	22434,1	17,33	5,66135	5,6614	6818,2
16	1242,5	17,519	0,31354	0,3135	235,9
17	2210,6	17,588	0,55785	0,5579	460,8
18	12190,1	17,741	3,07624	3,0762	4070,7
19	1316	17,925	0,33209	0,3321	282
20	2444,4	17,989	0,61686	0,6169	436,7
21	13378,4	18,139	3,3761	3,3761	4049,2
22	1079,7	18,301	0,27246	0,2725	233,6
23	1174,8	18,385	0,29647	0,2965	239,9
24	6509,8	18,53	1,64278	1,6428	2106,9
25	1151,8	18,675	0,29066	0,2907	247,9
26	8335,7	18,903	2,10355	2,1035	2566,3
27	4097,7	19,275	1,03406	1,0341	1353,6
28	5515,7	19,628	1,3919	1,3919	1835,3
29	2531,4	19,983	0,6388	0,6388	857,8
30	3734	20,333	0,94229	0,9423	1210,7
31	2320,2	20,721	0,58551	0,5855	653,2
32	3664,5	21,135	0,92476	0,9248	998,8
33	2730,8	21,574	0,68913	0,6891	627,9
34	4151,7	22,054	1,0477	1,0477	904,3
35	1184,3	22,181	0,29886	0,2989	264,3
36	3215,1	22,561	0,81134	0,8113	610
37	4775,6	23,102	1,20515	1,2051	877,5
38	1380,9	23,216	0,34848	0,3485	309,6
39	3348,4	23,664	0,84498	0,845	517,7
40	4075	24,239	1,02835	1,0283	671,6

41	2667	24,843	0,67303	0,673	446
42	1405,8	25,212	0,35475	0,3548	150,7
43	3416,1	25,471	0,86207	0,8621	534,7
44	3082	26,104	0,77777	0,7778	379
45	2564,9	26,803	0,64726	0,6473	327,2
46	1775,5	27,608	0,44806	0,4481	213,8
47	2454,7	28,55	0,61946	0,6195	231,1
48	2019,6	28,736	0,50966	0,5097	183,5
49	4825,7	30,923	1,21779	1,2178	345,3
50	1291,5	31,015	0,3259	0,3259	246,3
51	11085,6	32,663	2,7975	2,7975	939,1
52	3922,4	33,274	0,98985	0,9898	148,8
53	1478,5	33,885	0,37312	0,3731	197,2

Luas area komponen wax = Area dari waktu retensi ke-13,53 sampai 26,83
= 367414,1

Luasa area keseluruhan = 396267,6

$$\% \text{ Kemurnian} = \frac{367414,1}{396267,6} \times 100\% = 92,72\%$$

2. Perhitungan yield wax

$$\text{Yield} = \frac{\% \text{ kemurnian} \times \text{massa solid}}{\text{massa crude oil}} 100\%$$

Contoh perhitungannya yaitu:

% kemurnian = 92,72%

Massa solid = 0,0298

Massa crude oil = 8,0135

$$\text{Yield} = \frac{92,72\% \times 0,0298}{8,0135} \times 100\% = 0,34\%$$

LAMPIRAN B
DATA HASIL PERCOBAAN

Tabel 1. Hasil perhitungan kemurnian

Rasio minyak:silica gel (g/g)	n-stage	Massa minyak 1	Massa minyak 2	Massa minyak 3	Massa endapan 1	Massa endapan 2	Massa endapan 3	Kemurnian 1	Kemurnian 2	Kemurnian 3	Kemurnian rata-rata (%)	STDEV
1:4	1	8,0089	8,1397	8,0751	0,0322	0,0299	0,0311	7,1104	5,1067	12,4519	8,22	2,82
	2	8,102	8,0843	8,1188	0,0167	0,0259	0,0166	36,7901	30,25	33,7373	33,59	2,23
1:2	1	8,1651	8,2911	8,1254	0,0268	0,0271	0,0291	41,42	43,34	48,82	44,51	3,24
	2	8,0512	8,0145	8,0329	0,0309	0,0253	0,0277	72,78	69,72	68,93	70,48	2,11
1:1	1	8,0288	8,1012	8,004	0,0375	0,0398	0,031	88,142	83,0284	78,4198	83,20	3,30
	2	8,0135	8,0072	8,0261	0,0298	0,0383	0,0359	92,719	95,045	91,8299	93,20	1,23

Tabel 2. Hasil perhitungan yield

Rasio minyak:silica gel (g/g)	n-stage	Massa minyak 1	Massa minyak 2	Massa minyak 3	Yield 1 (%)	Yield 2 (%)	Yield 3 (%)	Yield rata-rata (%)	STDEV
1:4	1	8,0089	8,1397	8,0751	0,03	0,02	0,05	0,03	0,01
	2	8,102	8,0843	8,1188	0,08	0,10	0,07	0,08	0,01
1:2	1	8,1648	8,2817	8,1756	0,14	0,14	0,17	0,15	0
	2	8,0311	8,0257	8,0408	0,28	0,22	0,24	0,25	0,02
1:1	1	8,0288	8,1012	8,004	0,41	0,41	0,3	0,37	0,05
	2	8,0135	8,0072	8,0261	0,34	0,45	0,41	0,40	0,04

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Sidoarjo, 22 November 1992, merupakan anak ke-dua dari dua bersaudara. Penulis mengawali pendidikan formalnya pada tahun 1999 di SDN Kepuh Kiriman 1. Pada tahun 2005, penulis melanjutkan pendidikan di SMP Negeri 1 Waru. Kemudian melanjutkan pendidikan di SMAN 16 Surabaya pada tahun 2008. Setelah lulus dari SMA tahun 2011, penulis melanjutkan pendidikan ke jenjang Strata 1 (S1) di Departemen Teknik Kimia, FTI-ITS dan lulus tahun 2015. Pada tahun 2016, penulis diterima sebagai mahasiswa S2 di Departemen Teknik Kimia, FTI-ITS. Pada tahun pertama sebagai mahasiswa pascasarjana, penulis mengikuti pelatihan FTIR yang diadakan oleh Laboratorium Energi, LPPM-ITS. Di tahun berikutnya, penulis berpartisipasi dalam *3rd International Conference on Innovation and Industrial Application (CINIA) 2017* sebagai presenter untuk paper yang berjudul *The Election of Raw Material for Biodiesel Feedstock in Indonesia with AHP-BCR and GC Analysis*. Selain itu, penulis juga terlibat dalam penelitian dana lokal ITS untuk skema Pascasarjana yang menghasilkan sebuah paper berjudul *Effect of Solvent Polarity Levels on Separation of Xanthone and Coumarin From Calophyllum inophyllum Leaves Extract*. Penelitian tersebut telah diseminarkan di *3rd International Conference on Chemical Engineering Science (ICChESA) 2017*. Di tahun 2018, penulis menulis paper berjudul *Separation and Purification Wax from Nyamplung (Calophyllum inophyllum) Seed Oil*. Paper tersebut diseminarkan di *4th International Seminar on Science and Technology* yang diadakan oleh ITS.