



**SKRIPSI – TK 091383**

**EKSTRAKSI SENYAWA FITOKIMIA DARI  
AMPAS KELAPA SAWIT DENGAN  
MENGUNAKAN KARBONDIOKSIDA  
(CO<sub>2</sub>) SUPERKRITIS**

**DENNY RINO ASZARI  
NRP. 2312106001**

**KARINA ALFIONITA PERDANA PUTRI  
NRP. 2312106002**

**Dosen Pembimbing  
Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng  
Dr. Siti Machmudah, ST. M.Eng**

**JURUSAN TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA 2015**



**FINAL PROJECT – TK 091383**

**EXTRACTION OF PHYTOCHEMICAL  
COMPOUNDS FROM PALM PRESSED  
FIBER USING SUPERCRITICAL CARBON  
DIOXIDE (CO<sub>2</sub>)**

**DENNY RINO ASZARI  
NRP. 2312106001**

**KARINA ALFIONITA PERDANA PUTRI  
NRP. 2312106002**

**Advisors  
Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng  
Dr. Siti Machmudah, ST. M.Eng**

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT  
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY  
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY  
SURABAYA 2015**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**EKSTRAKSI SENYAWA FITOKIMIA DARI AMPAS  
KELAPA SAWIT DENGAN MENGGUNAKAN KARBON  
DIOKSIDA (CO<sub>2</sub>) SUPERKRITIS**

Dijadikan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar  
Sarjana Teknik Kimia pada Program Studi S-1

Jurusan Teknik Kimia

Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Oleh :

**DENNY RINO ASZARI**

**2312 106 001**

**KARINA ALFIONITA PERDANA P**

**2312 106 002**

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng.

(Pembimbing I)

Dr. Siti Machmudah, S.T., M.Eng

(Pembimbing II)

Dr. Minta Yuwana, MS

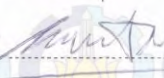
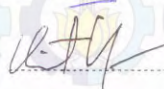
(Penguji I)

Dr. Tantular Nurtono, S.T., M.Eng

(Penguji II)

Dr. Widiyastuti, ST., M.T

(Penguji III)



**SURABAYA  
JANUARI 2015**



## **Ekstraksi Senyawa Fitokimia dari Ampas Kelapa Sawit dengan Menggunakan Karbondioksida (CO<sub>2</sub>) Superkritis**

**Nama** : Denny Rino Aszari (2312 106 001)  
Karina Alfionita P.P. (2312 106 002)  
**Pembimbing** : Prof. Dr. Ir Sugeng Winardi, M Eng  
Dr. Siti Machmudah, ST., M Eng

### **ABSTRAK**

Penelitian ini bertujuan untuk mengekstrak senyawa fitokimia berupa  $\beta$ -karoten dan tokoferol dari buah kelapa sawit dengan menggunakan CO<sub>2</sub> superkritis dan *co-solvent* etanol. Dari penelitian terdahulu, karotenoid banyak terkandung dalam buah sawit sebanyak 2894-5498 ppm dan tokoferol sebanyak 896-1064 ppm. Senyawa-senyawa ini banyak bermanfaat untuk tubuh salah satunya adalah sebagai antioksidan.

Eksperimen dilakukan dalam sebuah ekstraktor yang memiliki tinggi 13 cm dan diameter 2,06 cm. Ekstraksi dilakukan pada tekanan yang bervariasi yaitu 20,30, dan 35MPa. Selain itu temperatur yang digunakan juga bervariasi yaitu 40,60, dan 80°C dan *flow rate* CO<sub>2</sub> yaitu 3, 4, dan 5 mL/menit. Laju alir *co-solvent* yang digunakan maksimal 5% dan 7,5% dari *flow rate* CO<sub>2</sub> yang digunakan. Ekstrak yang diperoleh akan dianalisa dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

Sesuai dengan hasil analisa, ampas kelapa sawit mengandung senyawa  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol. Kondisi operasi optimum yang didapatkan yaitu pada tekanan 20 MPa, temperatur 40oC, *flow rate* CO<sub>2</sub> 3mL/min, *flow rate* *co-solvent* 7,5% dimana kadar  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol yang didapatkan sebesar 1157,640026 dan 2203,06134 mg/ kg sampel.

**Kata kunci** :  $\beta$ -karoten,  $\alpha$ -tokoferol, Ekstraksi, Karbondioksida, Superkritis.

## **Extraction Phytochemical Compounds from Palm Pressed Fiber Using Supercritical Carbon Dioxide (CO<sub>2</sub>)**

**Name** : Denny Rino Aszari (2312106001)  
Karina Alfionita P.P (2312106002)  
**Advisors** : Prof. Dr. Ir Sugeng Winardi, M Eng  
Dr. Siti Machmudah, ST. M Eng

### **ABSTRACT**

The purpose of this research is to extract phytochemical compounds, such as  $\beta$ -carotene and tocopherol from palm oil. According to the previous researches,  $\beta$ -carotene were found mainly as much as 2894-5498 ppm and tocopherol is as much as 896-1064 ppm. These compounds are useful for the body, one of which is as an antioxidant.

The extractor has 13 cm in length and 2,06 cm in diameter. The extraction will be carried out at varying pressures as 20,30 and 40 MPa. In addition, varying temperatures are also used as 40, 60, and 80oC, and CO<sub>2</sub> flow rates are as 2, 3, and 4 mL/min. Co-solvent flowrate is 10% maximum of CO<sub>2</sub> flow rates. The extract will be analyzed using Spectrophotometer UV-Vis.

Palm pressed fiber contains largest amount of  $\beta$ -carotene and  $\alpha$ -tocopherol. The optimum operating condition to extract  $\beta$ -carotene and  $\alpha$ -tocopherol is at 20 MPa of pressure, 40oC of temperature, 3mL/min of CO<sub>2</sub> flow rate, and 7,5% of co-solvent flow rate, where  $\beta$ -carotene and  $\alpha$ -tocopherol were obtained as 1157,640026 dan 2203,06134 mg/ kg sample.

**Keywords:**  *$\beta$ -carotene,  $\alpha$ -tocopherol, Carbon Dioxide, Extraction, Supercritical.*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Tuhan yang Maha Esa atas berkat dan rahmat-Nya sehingga kami dapat menyelesaikan Laporan Skripsi kami.

Laporan Skripsi ini merupakan salah satu syarat memperoleh gelar sarjana di Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya. Selama penyusunan laporan ini, kami banyak sekali mendapat bimbingan, dorongan, serta bantuan dari banyak pihak. Untuk itu, kami ingin mengucapkan terimakasih sebesar-besarnya kepada :

1. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng, selaku Kepala Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran atas bimbingan dan saran yang telah diberikan
2. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng, dan Ibu Dr. Siti Machmudah, S.T., M.Eng, selaku dosen pembimbing atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
3. Bapak Setiyo Gunawan S.T, Ph.D, selaku koordinator Tugas Akhir dan Skripsi Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
4. Bapak dan Ibu Dosen Pengajar serta seluruh karyawan Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
5. Orang tua serta saudara-saudara kami atas doa, dukungan, dan bimbingan selama ini
6. Teman-teman di Mixing serta teman-teman LJ Genap 2012 atas dukungannya.

Kami menyadari bahwa materi yang kami sajikan masih banyak kekurangan dan jauh dari sempurna, oleh karena itu kami sangat mengharapkan saran dan masukan yang konstruktif dari pembaca.

Surabaya, 22 Januari 2015

Penyusun

# DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK (INDONESIA).....	i
ABSTRAK (ENGLISH).....	iii
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi

## **BAB I PENDAHULUAN**

I.1 Latar Belakang.....	1
I.2 Rumusan Masalah.....	2
I.3 Tujuan Penelitian.....	2
I.4 Manfaat Penelitian.....	3

## **BAB II TINJAUAN PUSTAKA**

II.1 Kelapa Sawit.....	5
II.2 Senyawa Fitokimia.....	5
II.2.1 Senyawa Fitokimia dalam Buah Kelapa Sawit.....	5
II.3 Proses Pemisahan.....	10
II.3.1 Ekstraksi Cair-Cair.....	10
II.3.2 Ekstraksi Padat-Cair.....	10
II.4 Fluida Superkritis.....	11
II.4.1 Viskositas dan Difusifitas Fluida Superkritis ...	12
II.4.2 Densitas Fluida Superkritis.....	13
II.4.3 Solubilitas Fluida Superkritis.....	13
II.5 Analisa Senyawa Fitokimia Spektrofotometer UV-Vis.....	17
II.6 Penelitian Terdahulu.....	17

### **BAB III METODE PENELITIAN**

III.1	Prosedur Percobaan .....	19
III.1.1	Tahap Persiapan Bahan .....	19
III.1.2	Tahap Ekstraksi .....	20
III.1.3	Tahap Cleaning .....	22
III.1.4	Tahap Analisa .....	22
III.1.4.1	Spektrofotometer UV-Vis .....	22
III.2	Prosedur Percobaan .....	25
III.2.1	Bahan yang digunakan untuk ekstraksi .....	25
III.2.2	Alat yang digunakan untuk ekstraksi .....	25

### **BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN**

IV.1	Pengaruh Tekanan terhadap Proses Ekstraksi .....	29
IV.2	Pengaruh Temperatur terhadap Proses Ekstraksi .....	32
IV.3	Pengaruh Flow CO <sub>2</sub> terhadap Proses Ekstraksi .....	34
IV.4	Pengaruh Co-solvent terhadap Proses Ekstraksi .....	37

### **BAB V KESIMPULAN**

V.1	Kesimpulan .....	41
V.2	Saran .....	42

### **DAFTAR PUSTAKA**

### **APPENDIKS**



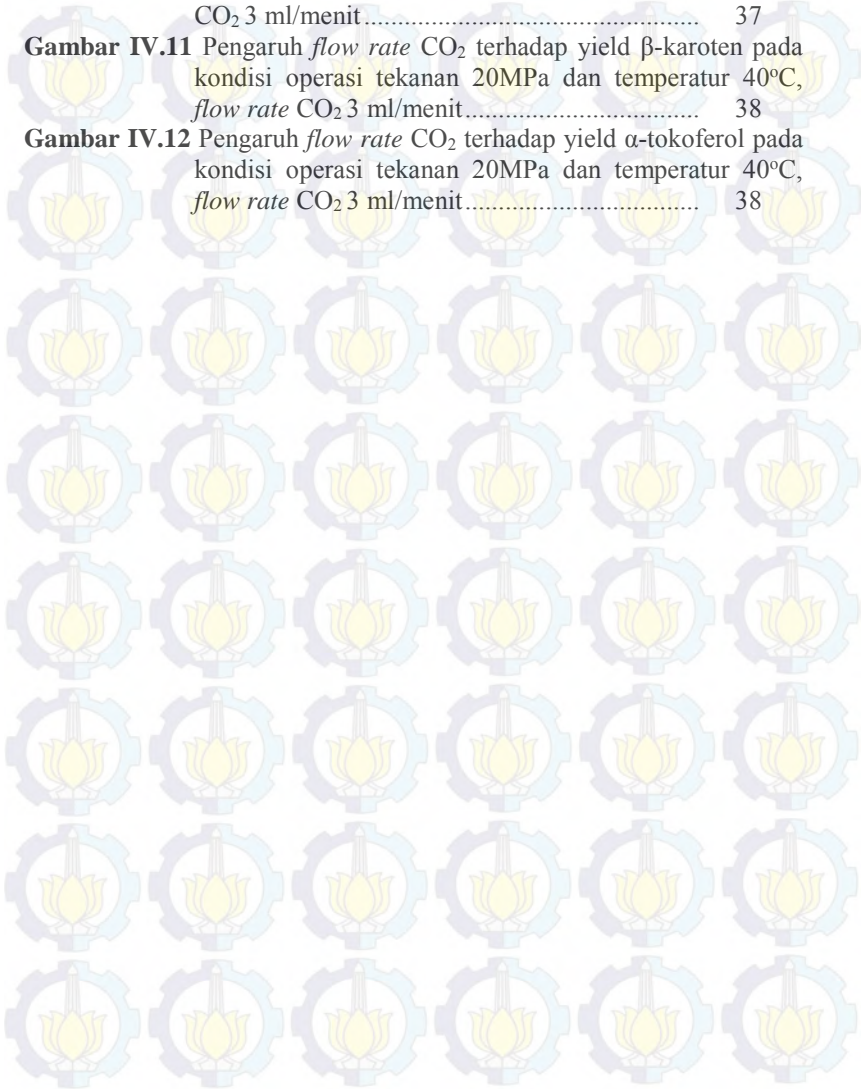
## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar II.1</b> Pressure-Temperatur (PT) Diagram CO <sub>2</sub> Superkritis .....	15
<b>Gambar II.2</b> Viskositas CO <sub>2</sub> pada Beberapa Temperatur dan Tekanan .....	16
<b>Gambar II.3</b> Difusifitas vs Temperatur Pada Beberapa Tekanan .....	16
<b>Gambar III.1</b> Skema Peralatan ekstraksi secara <i>semi-batch</i> dengan CO <sub>2</sub> superkritis .....	22
<b>Gambar III.2</b> Kurva Kalibrasi β-karoten.....	23
<b>Gambar III.3</b> Kurva Kalibrasi α-tokoferol.....	24
<b>Gambar IV.1</b> Pengaruh tekanan terhadap yield ekstrak pada kondisi operasi suhu 40°C dan <i>flow rate</i> CO <sub>2</sub> 3 ml/menit .....	30
<b>Gambar IV.2</b> Pengaruh tekanan terhadap yield β-karoten pada kondisi operasi suhu 40°C dan <i>flow rate</i> CO <sub>2</sub> 3 ml/menit.....	30
<b>Gambar IV.3</b> Pengaruh tekanan terhadap yield α-tokoferol pada kondisi operasi suhu 40°C dan <i>flow rate</i> CO <sub>2</sub> 3 ml/menit .....	31
<b>Gambar IV.4</b> Pengaruh temperatur terhadap yield ekstrak pada kondisi operasi tekanan 20MPa dan <i>flow rate</i> CO <sub>2</sub> 5 ml/menit.....	32
<b>Gambar IV.5</b> Pengaruh temperatur terhadap yield β-karoten dengan kondisi operasi tekanan 20MPa dan <i>flow rate</i> CO <sub>2</sub> 5 ml/menit.....	33
<b>Gambar IV.6</b> Pengaruh temperatur terhadap yield α-tokoferol pada kondisi operasi tekanan 20MPa dan <i>flow rate</i> CO <sub>2</sub> 5 ml/menit.....	33
<b>Gambar IV.7</b> Pengaruh <i>flow rate</i> CO <sub>2</sub> terhadap yield ekstrak pada kondisi operasi tekanan 20MPa dan temperatur 40°C .....	35
<b>Gambar IV.8</b> Pengaruh <i>flow rate</i> CO <sub>2</sub> terhadap yield β-karoten pada kondisi operasi tekanan 20MPa dan temperatur 40°C .....	35
<b>Gambar IV.9</b> Pengaruh <i>flow rate</i> CO <sub>2</sub> terhadap yield α-tokoferol pada kondisi operasi tekanan 20MPa dan temperatur 40°C .....	36

**Gambar IV.10** Pengaruh *Co-solvent* terhadap yield ekstrak pada kondisi operasi tekanan 20MPa dan temperatur 40°C, *flow rate* CO<sub>2</sub> 3 ml/menit..... 37

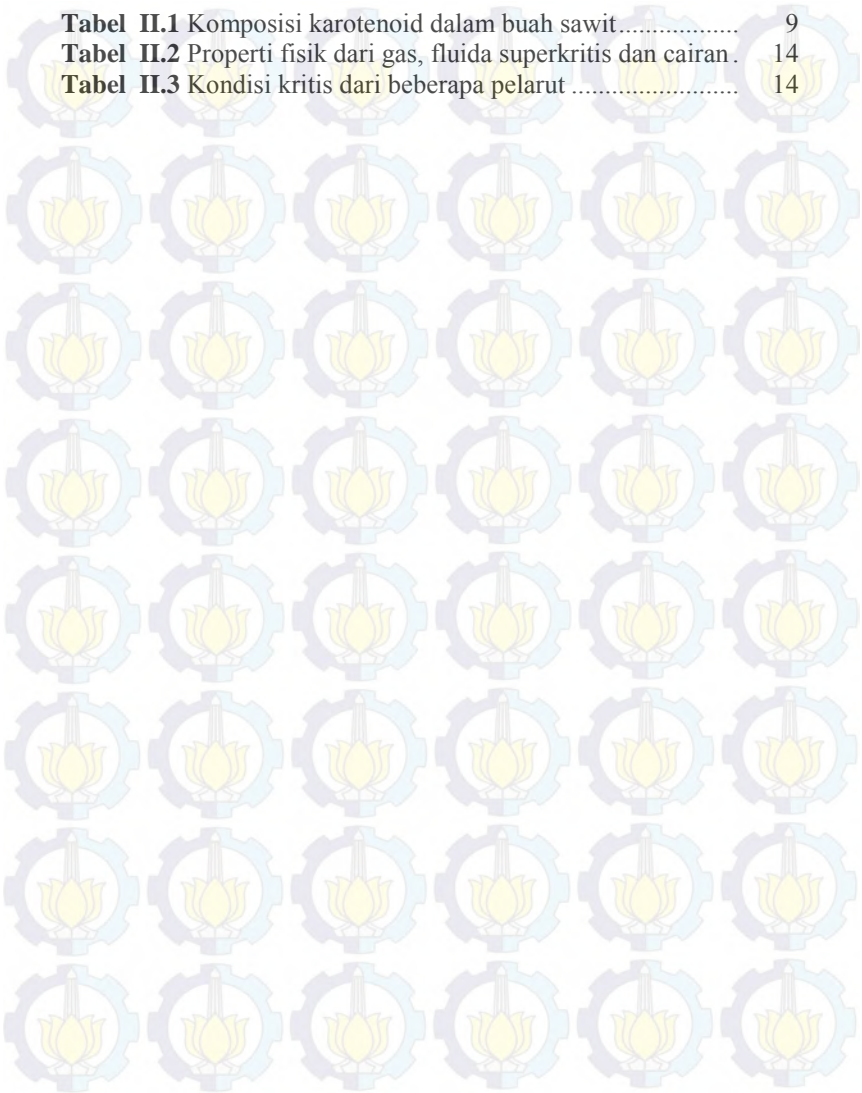
**Gambar IV.11** Pengaruh *flow rate* CO<sub>2</sub> terhadap yield β-karoten pada kondisi operasi tekanan 20MPa dan temperatur 40°C, *flow rate* CO<sub>2</sub> 3 ml/menit..... 38

**Gambar IV.12** Pengaruh *flow rate* CO<sub>2</sub> terhadap yield α-tokoferol pada kondisi operasi tekanan 20MPa dan temperatur 40°C, *flow rate* CO<sub>2</sub> 3 ml/menit..... 38



## DAFTAR TABEL

<b>Tabel II.1</b> Komposisi karotenoid dalam buah sawit.....	9
<b>Tabel II.2</b> Properti fisik dari gas, fluida superkritis dan cairan..	14
<b>Tabel II.3</b> Kondisi kritis dari beberapa pelarut .....	14



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **I.1 Latar Belakang**

Indonesia merupakan negara dengan kekayaan alam yang melimpah. Hampir segala jenis tumbuhan dapat tumbuh di wilayah negara ini. Sebagian besar tumbuhan tersebut sudah dimanfaatkan oleh masyarakat untuk mengobati berbagai penyakit yang dikenal dengan obat tradisional.

Fitokimia atau kadang disebut fitonutrien, dalam arti luas adalah segala jenis zat kimia atau nutrien yang diturunkan dari sumber tumbuhan, termasuk sayuran dan buah-buahan. Dalam penggunaan umum, fitokimia memiliki definisi yang lebih sempit. Fitokimia biasanya digunakan untuk merujuk pada senyawa yang ditemukan pada tumbuhan yang tidak dibutuhkan untuk fungsi normal tubuh, tapi memiliki efek yang menguntungkan bagi kesehatan atau memiliki peran aktif bagi pencegahan penyakit. Karenanya, zat-zat ini berbeda dengan apa yang diistilahkan sebagai nutrien dalam pengertian tradisional, yaitu bahwa mereka bukanlah suatu kebutuhan bagi metabolisme normal, dan ketiadaan zat-zat ini tidak akan mengakibatkan penyakit.

Kelapa sawit adalah salah satu tumbuhan penghasil minyak yang banyak ditanam di Sumatera (Aceh, Sumatera Utara, Riau, dan Sumatera Selatan) dan Kalimantan (Kalimantan Timur). Senyawa-senyawa kimia yang banyak ditemukan di dalam buah ataupun ampas kelapa sawit antara lain karotenoid, vitamin E (tokotrienol dan tokoferol), sterol, fosfolipid, glikolipid, terpenoid dan hidrokarbon alifatik serta pengotor lainnya. Komponen yang paling utama dari beberapa komponen di atas adalah vitamin E dan karotenoid dimana keduanya memiliki fungsi yang sangat penting (Choo, 1996). Karotenoid ini sangat bermanfaat bagi tubuh manusia karena dapat mencegah kanker, sebagai antioksidan dan dapat meningkatkan sistem imun tubuh, sedangkan vitamin E berperan sebagai antioksidan alami,

membantu penyembuhan, mencegah terjadinya bekas luka, menjaga kesehatan sel darah merah dan saraf, serta melindungi membran sel.

Agar pemanfaatan senyawa-senyawa tersebut maksimal, maka senyawa tersebut diekstrak dari ampas kelapa sawit. Tetapi, karotenoid ini dapat mengalami degradasi karena penyulingan konvensional dengan suhu tinggi. Oleh karena itu, karotenoid dan tokoferol diambil dengan cara ekstraksi padat-cair (*leaching*). Secara konvensional, leaching menggunakan pelarut organik yang berbahaya bagi tubuh dan memerlukan proses pemisahan lanjut. Selain itu, limbah pelarut organik tersebut juga memerlukan penanganan terlebih dahulu sebelum dibuang ke badan air. Oleh karena itu, pada penelitian kali ini digunakan karbondioksida (CO<sub>2</sub>) superkritis yang ramah lingkungan, karena tidak menghasilkan limbah, tidak beracun, dan tidak meninggalkan residu pelarut dalam produknya (inert).

## **I.2 Rumusan Masalah**

Pada proses ekstraksi ampas kelapa sawit menggunakan CO<sub>2</sub> superkritis, senyawa fitokimia berada dalam sisa minyak yang terperangkap di dalam ampas (fiber) sehingga CO<sub>2</sub> sulit untuk melakukan penetrasi ke dalam matriks padatan.

## **I.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah untuk:

1. Mengekstrak sisa minyak dalam ampas kelapa sawit yang masih banyak mengandung senyawa fitokimia seperti karotenoid dan tokoferol, dengan menggunakan CO<sub>2</sub> superkritis.
2. Menganalisa pengaruh kondisi operasi ekstraksi ampas kelapa sawit menggunakan CO<sub>2</sub> superkritis terhadap hasil ekstraksi.

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ekstraksi senyawa fitokimia :

1. Mengetahui kondisi operasi optimum untuk mendapatkan ekstrak dengan konsentrasi tertinggi.
2. Memberikan informasi mengenai alternatif proses ekstraksi ampaskelapasawit dengan menggunakan CO<sub>2</sub> superkritis sebagai bahan referensi dan informasi bagi penulis selanjutnya yang tertarik untuk mengkaji dan meneliti tentang kandungan senyawa fitokimia.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **II.1 Kelapa Sawit**

Tanaman kelapa sawit (*Elaeis guineensis*) merupakan tumbuhan tropis golongan palma yang termasuk tanaman tahunan. Tanaman ini adalah tanaman berkeping tunggal yang masuk dalam genus *Elaeis*, family *Palmae*, kelas divisio *Monocotyledonae*, subdivisio *Angiospermae* dengan divisio *Spermatophyta*. Nama *Elaeis* berasal dari kata *Elaion* yang berarti minyak dalam bahasa Yunani, *guineensis* berasal dari kata *Guinea* yang berarti Afrika. *Jacq* berasal dari nama botanis Amerika yang menemukannya, yaitu *Jacqueline*. Kelapa sawit dapat tumbuh dengan baik pada daerah beriklim tropis dengan curah hujan 2000 mm/tahun dan kisaran suhu 22-33°C. Tanaman kelapa sawit baru dapat berproduksi setelah berumur sekitar 30 bulan. Buah yang dihasilkan disebut Tandan Buah Segar (TBS) atau *Fresh Fruit Bunch* (FFB). Produktivitas tanaman kelapa sawit meningkat ketika berumur 3-14 tahun dan akan menurun kembali setelah berumur 15-25 tahun. Setiap pohon kelapa sawit dapat menghasilkan 10-15 TBS per tahun dengan berat 30-40 kg per tandan tergantung umur tanaman. Dalam satu tandan, terdapat 1000-3000 brondolan dengan berat satu brondolan berkisar 10-20 g.

#### **II.2. Senyawa Fitokimia**

Fitokimia berasal dari kata *phytochemical*. *Phyto* berarti tumbuhan atau tanaman dan *chemical* sama dengan zat kimia berarti zat kimia yang terdapat pada tanaman. Senyawa fitokimia tidak termasuk kedalam zat gizi karena bukan berupa karbohidrat, protein, lemak, vitamin, mineral maupun air. Setiap tumbuhan atau tanaman mengandung sejenis zat yang disebut fitokimia, merupakan zat kimia alami yang terdapat di dalam tumbuhan dan dapat memberikan rasa, aroma atau warna pada tumbuhan itu.

Sampai saat ini sudah sekitar 30.000 jenis fitokimia yang ditemukan dan sekitar 10.000 terkandung dalam makanan.

Fitokimia adalah senyawa bioaktif yang terdapat dalam tumbuhan dan dapat memberikan kesehatan pada tubuh manusia. Fitokimia mempunyai peran penting dalam penelitian obat yang dihasilkan dari tumbuh-tumbuhan. Dalam tumbuhan terdapat senyawa kimia bermolekul kecil yang penyebarannya terbatas dan sering disebut sebagai metabolit sekunder.

Beberapa studi pada manusia dan hewan membuktikan zat-zat kombinasi fitokimia ini di dalam tubuh manusia memiliki fungsi tertentu yang berguna bagi kesehatan. Kombinasi itu antara lain menghasilkan enzim-enzim sebagai penangkal racun (detoksifikasi), merangsang sistem pertahanan tubuh (imunitas), mencegah penggumpalan keping-keping darah (trombosit), menghambat sintesa kolesterol di hati, meningkatkan metabolisme hormon, mengatur gula darah serta dapat menimbulkan efek antikanker, meningkatkan pengenceran dan pengikatan zat karsinogen dalam liang usus, menimbulkan efek anti bakteri, antivirus dan antioksidan.

Secara garis besar fitokimia diklasifikasikan menurut struktur kimianya sebagai berikut :

1. Fitokimia karotenoid

Fitokimia karotenoid banyak terdapat pada sayur-sayuran berwarna kuning-jingga seperti wortel, labu kuning, sayuran berwarna hijau seperti brokoli dan buah-buahan berwarna merah dan kuning jingga seperti pepaya, mangga, tomat, nanas, semangka, arbei, dll. Beberapa penelitian mengungkapkan bahwa zat karotenoid dapat mencegah kanker, sebagai anti oksidan dan dapat meningkatkan sistem imun tubuh.

2. Fitokimia fitosterol

Fitokimia fitosterol banyak ditemukan pada biji-bijian dan hanya sekitar 5% dari fitosterol yang dapat diserap oleh usus dari makanan kiat. Penelitian mengungkapkan fitosterol dapat menurunkan kolesterol dan anti kanker.



### 3. Fitokimia saponin

Fitokimia saponin banyak terdapat pada kacang-kacangan dan daun-daunan. Penelitian mengungkapkan bahwa saponin dapat sebagai anti kanker, anti mikroba, meningkatkan sistem imunitas, dan dapat menurunkan kolesterol.

### 4. Fitokimia glukosinolat

Fitokimia glukosinolat banyak terdapat pada sayur-sayuran seperti kol dan brokoli. Jika sayuran dimasak dapat menurunkan kadar glukosinolat sebesar 30-60%. Termasuk dalam glukosinolat ini meliputi fitokimia lain seperti isothiosianat, thiosianat dan indol. Penelitian menunjukkan bahwa glukosinolat dapat bersifat anti mikroba, anti kanker dan menurunkan kolesterol.

### 5. Fitokimia polifenol

Fitokimia polifenol banyak terdapat pada buah-buahan sayur-sayuran hijau seperti salada dan pada gandum dll. Penelitian pada hewan dan manusia menunjukkan polifenol dapat mengatur kadar gula darah, sebagai anti kanker, antioksidan, anti mikroba, anti inflamasi. Termasuk polifenol adalah asam fenol dan flavonoid.

### 6. Fitokimia inhibitor protease

Fitokimia inhibitor protease merupakan fitokimia yang banyak terdapat pada biji-bijian dan sereal seperti padi-padian, gandum dsb, yang dapat membantu kerja enzim dalam system pencernaan manusia. Dapat sebagai anti oksidan , mencegah kanker dan mengatur kadar gula darah.

### 7. Fitokimia monoterpen

Fitokimia monoterpen banyak terdapat pada tanaman beraroma seperti mentol (peppermint), biji jintan, seledri, peterseli, rempah-rempah dan sari jeruk. Berkhasiat mencegah kanker dan anti oksidan.

#### 8. Fitokimia fitoestrogen

Fitokimia fitoestrogen banyak terdapat pada kedelai dan produk kedelai seperti tempe, tahu dan susu kedelai. Memiliki aktifitas seperti hormon estrogen. Senyawa aktif fitoestrogen terdiri dari isoflavonoid dan lignan. Bersifat sebagai anti kanker, dan menurut penelitian, orang yang banyak mengkonsumsi tempe/kedelai lebih rendah menderita kanker payudara dari pada orang yang mengkonsumsi daging. Khasiat lain dari isoflavonoid yang menyerupai estrogen ini memperlambat berkurangnya massa tulang yang berakibat terjadinya keropos tulang (osteoporosis), menurunkan kadar kolesterol total, dan meningkatkan kadar HDL kolesterol (kolesterol baik).

#### 9. Fitokimia sulfida

Fitokimia sulfida banyak terdapat pada bawang putih, bawang bombai, bawang merah dan bawang daun. Senyawa fitokimia aktif pada bawang putih adalah dialil sulfida (allicin). Menurut peneliti sulfida bekerja sebagai anti kanker, anti oksidan, anti mikroba, meningkatkan daya tahan, anti radang, mengatur tekanan darah dan menurunkan kolesterol.

#### 10. Fitokimia asam fitat

Fitokimia asam fitat terdapat pada kacang polong, gandum. Berfungsi sebagai anti oksidan yang dapat mengikat zat karsinogen dan mengatur kadar gula darah.

#### 11. Tokoferol

Tokoferol ( $\alpha$ -tocopherol) adalah bentuk vitamin E yang istimewa diserap dan terakumulasi pada manusia. Vitamin E mudah didapat dari pada buah-buahan, susu, mentega, telur, sayur-sayuran, terutama kecambah. Contoh sayuran yang paling banyak mengandung vitamin E adalah minyak biji gandum, minyak kedelai, minyak jagung, alfalfa, selada, kacang-kacangan, asparagus, pisang, strawberry, biji bunga matahari, buncis, ubi jalar

dan sayuran berwarna hijau. Vitamin E dapat meningkatkan daya tahan tubuh, membantu mengatasi stres, meningkatkan kesuburan, meminimalkan resiko kanker dan penyakit jantung koroner, dan juga sebagai antioksidan.

### II.2.1 Senyawa Fitokimia dalam Buah Kelapa Sawit

Senyawa-senyawa kimia yang banyak ditemukan di dalam buah kelapa sawit adalah karotenoid, vitamin E (tokotrienol dan tokoferol), sterol, fosfolipid, glikolipid, terpenoid dan hidrokarbon alifatik serta pengotor lainnya. Komponen yang paling utama dari beberapa komponen di atas adalah vitamin E dan karotenoid dimana keduanya memiliki fungsi yang sangat penting (Choo, 1994). Kadar karotenoid yang ada dalam buah sawit yaitu 2894-5498 (Choo,1996). Tabel II.1 menunjukkan komposisi karotenoid dalam buah sawit.

<b>Tipe Karotenoid</b>	<b>%</b>	<b>Tipe Karotenoid</b>	<b>%</b>
Phytoene	1.27	$\gamma$ -Carotene	0.33
Cis- $\beta$ -Carotene	0.68	$\delta$ -Carotene	0.83
Phytofluene	0.06	Neurosporene	0.29
$\beta$ -Carotene	56.02	$\beta$ -Zeacarotene	0.74
$\alpha$ -Carotene	35.16	$\alpha$ -Zeacarotene	0.23
Cis- $\alpha$ -Carotene	2.49	Lycopene	1.3
$\zeta$ -Carotene	0.69		

**Tabel II.1** Komposisi karotenoid dalam buah sawit

*Sumber:* Wei, 2005

Selain karotenoid, minyak sawit juga memiliki kandungan tokoferol cukup tinggi yaitu 896-1064 ppm. Tokoferol memiliki beberapa bentuk isomer yaitu  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ -, dan  $\delta$ -tokoferol. Aktivitas terbesar dimiliki oleh komponen  $\alpha$ -tokoferol.

Tokoferol berfungsi sebagai antioksidan yang dapat menekan terjadinya oksidasi pada asam lemak tak jenuh (Muchtadi, 1989).

### **II.3 Proses Pemisahan**

Agar pemanfaatan senyawa-senyawa tersebut maksimal, maka senyawa tersebut diekstrak dari ampas kelapa sawit. Tetapi, karotenoid ini dapat mengalami degradasi karena penyulingan konvensional. Oleh karena itu, beberapa metode dilakukan untuk mengambil senyawa-senyawa tersebut dari minyak kelapa sawit agar tidak rusak, seperti adsorpsi, saponifikasi, transesterifikasi lalu dilanjutkan dengan molekular distilasi. Sedangkan, pada penelitian ini, untuk mengambil senyawa tersebut dari ampas kelapa sawit, maka dilakukan ekstraksi menggunakan CO<sub>2</sub> superkritis dan etanol sebagai *co-solvent*.

#### **II.3.1 Ekstraksi Cair-Cair**

Ekstraksi adalah pemisahan satu atau beberapa bahan dari suatu padatan atau cairan dengan bantuan pelarut. Ekstraksi juga merupakan proses pemisahan satu atau lebih komponen dari suatu campuran homogen menggunakan pelarut cair (*solvent*) sebagai separating agen. Pemisahan zat-zat terlarut antara dua cairan yang tidak saling mencampur antara lain menggunakan alat corong pisah. Ada suatu jenis pemisahan lainnya dimana pada satu fase dapat berulang-ulang dikontakkan dengan fase yang lain, misalnya ekstraksi berulang-ulang suatu larutan dalam pelarut air dan pelarut organik, dalam hal ini digunakan suatu alat yaitu ekstraktor *soxhlet*.

#### **II.3.2 Ekstraksi Padat-Cair**

Kebanyakan senyawa biologi, organik, dan anorganik terbentuk dalam campuran dari berbagai komponen dalam padatan. Untuk memisahkan *solute* (zat yang ingin diekstrak) yang diinginkan maupun yang tak diinginkan dari suatu solid, solid dikontakkan dengan fase liquid/cair. Kedua fase tersebut akan mengalami kontak dan solut dapat berdifusi dari solid

menuju fase liquid sehingga terjadi solut yang tadinya berada dalam solid dapat dipisahkan. Proses pemisahan inilah yang disebut dengan *leaching*.

Pada proses *leaching*, mekanismenya ialah solven ditransfer menuju permukaan solid, kemudian solven berdifusi atau masuk ke dalam solid. Lalu, solut yang ada dalam solid berdifusi ke solven. Kemudian solut yang sudah terlarut dalam solven berdifusi menuju permukaan lalu ditransfer ke pelarut. Umumnya mekanisme proses ekstraksi dibagi menjadi 3 bagian yaitu:

- Perubahan fase solut untuk larut ke dalam pelarut, misalnya dari padat menjadi cairan.
- Difusi melalui pelarut di dalam pori – pori untuk selanjutnya keluar dari partikel.
- Akhirnya perpindahan solut ini dari sekitar partikel ke dalam larutan keseluruhannya.

Setiap bagian dari mekanisme ini akan mempengaruhi kecepatan ekstraksi, namun bagian pertama berlangsung dengan cepat maka terhadap kecepatan ekstraksi secara keseluruhan dapat diabaikan. Pemilihan metode ekstraksi senyawa dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu sifat jaringan tanaman, sifat kandungan zat aktif serta kelarutan dalam pelarut yang digunakan. Prinsip ekstraksi adalah melarutkan senyawa polar dalam pelarut polar dan senyawa non polar dalam pelarut non polar (Ummah, 2010).

#### **II.4 Fluida Superkritis**

Kondisi fluida superkritis terbentuk apabila kondisi fluida berada diatas temperatur dan tekanan kritisnya. Tidak seperti gas, fluida superkritis tidak dapat dikondensasikan menjadi keadaan liquid-gas dengan pengaturan tekanan. Berikut ini merupakan keuntungan dari fluida superkritis:

1. Koefisien difusi tinggi dan viskositas rendah dibandingkan dengan liquid

2. Recovery solven cepat dengan minimal residu dalam produk
3. Tidak beracun
4. Tidak menghasilkan kebakaran
5. Secara komersial mudah di dapat dalam kemurnian tinggi
6. Kompatibel dengan kondisi lingkungan karena tidak menghasilkan limbah

Fluida superkritis memberikan range densitas yang besar, hal ini dapat digunakan untuk mengontrol solubilitas dari pelarut. Fluida superkritis dikarakterisasikan dengan densitas tinggi, viskositas rendah, dan difusivitas menengah antara gas dan cairan (dapat dilihat pada tabel II.2). Properti yang tidak biasa ini, justru menjadikan fluida superkritis sebagai pelarut yang ideal dan potensial.

#### **II.4.1 Viskositas dan Difusivitas Fluida Superkritis**

Pada keadaan superkritis, gaya interaksi antar molekul relatif rendah. Hal ini menyebabkan tingginya mobilitas dari molekul dan menyebabkan fluida superkritis memiliki viskositas yang lebih rendah dari liquid, sehingga fluida superkritis memiliki kemampuan untuk penetrasi ke dalam solut sehingga mengekstraksi solut yang lebih baik. Viskositas dan difusivitas dari fluida superkritis mendekati gas selama tekanan dinaikkan. Difusivitas akan meningkat dengan kenaikan temperatur. Meskipun tidak sebesar gas, difusivitas fluida superkritis lebih besar dari difusivitas cairan, sehingga menghasilkan laju transfer massa yang lebih besar. Rendahnya viskositas dan tingginya difusivitas akan memudahkan pelarut untuk melakukan penetrasi ke bahan yang diekstrak. Keunggulan utama fluida superkritis dibandingkan dengan cairan adalah difusivitas yang lebih besar.

#### **II.4.2 Densitas Fluida Superkritis**

Kemampuan pelarut untuk melarutkan zat terlarut dinyatakan dengan jumlah pelarut per satuan volum. Fluida superkritis memiliki densitas yang hampir sebanding dengan

cairan. Dengan densitas yang tinggi, maka banyak molekul yang dapat melarutkan solut. Sehingga kemampuan melarutkan menjadi lebih besar.

#### II.4.3 Solubilitas Fluida Superkritis

Solubilitas gas dalam suatu solven biasanya menurun dengan kenaikan temperatur. Namun pada temperatur tinggi, mendekati temperatur kritis dari solven, solubilitas dari gas umumnya naik sebanding dengan temperatur. Umumnya solubilitas dinyatakan dalam satuan fraksi mol atau konstanta Henry.

Banyak liquida dikembangkan sebagai pelarut keadaan superkritis dengan pemanasan dan menaikkan tekanan. Pelarut yang sering digunakan untuk proses ekstraksi fluida superkritis adalah pelarut CO<sub>2</sub>. Hal ini dikarenakan temperatur kritis yang rendah dari CO<sub>2</sub> memungkinkan proses eksperimen mendekati temperatur lingkungan (dapat dilihat dari tabel II.3). Kondisi tersebut relatif mudah dicapai karena tidak terlalu banyak energi yang dibutuhkan. Karena tidak menggunakan solven non organik, sehingga tidak ada residu pelarut dalam ekstrak, selain itu CO<sub>2</sub> bersifat *non toxic* dan tidak mudah terbakar serta tidak berbau. Akan tetapi meskipun CO<sub>2</sub> mempunyai beberapa keunggulan tersebut, namun CO<sub>2</sub> mempunyai kemampuan terbatas untuk melarutkan zat polar. Karakteristik CO<sub>2</sub> superkritis ini dapat ditingkatkan dengan adanya penambahan komponen kedua yang merupakan zat polar dan larut dalam CO<sub>2</sub> superkritis.

Pada gambar II.1 terdapat tiga garis yaitu *sublimation*, *melting*, dan *boiling process*, garis tersebut menghubungkan antara fase gas, liquid, dan solid. Garis diantara dua fase dapat diartikan sebagai kesetimbangan antara dua fase. *Boiling process* dimulai dari *Triple Point* (TP) sampai *Critical Point* (CP). *Supercritical Fluid* terjadi jika suatu zat beradadiatas temperatur kritis dan tekanan kritis. (Taylor, 1996).

CO<sub>2</sub> superkritis merupakan CO<sub>2</sub> pada temperatur dan tekanan di atas titik kritis. Dimana nilai tekanan kritis CO<sub>2</sub> (P<sub>c</sub>)

adalah 7,38 MPa dan temperatur kritis ( $T_c$ ) adalah 31.1°C. CO<sub>2</sub> superkritik digunakan sebagai pelarut dalam fraksinasi menggunakan fluida superkritik menjadi alternatif daripada prosedur ekstraksi biasanya dengan berbagai alasan antara lain, kekuatan pelarut CO<sub>2</sub> superkritik dan selektivitas ekstraksi dapat diatur dengan mengubah tekanan dan temperatur. Pengaturan tekanan dan temperatur selama proses ekstraksi berlangsung, selain mengubah densitas CO<sub>2</sub>, juga berpengaruh terhadap kelarutan dan selektivitas dari solut ekstrak.

**Tabel II.2** Properti fisik dari gas, fluida superkritik dan cairan.(Taylor, 1996)

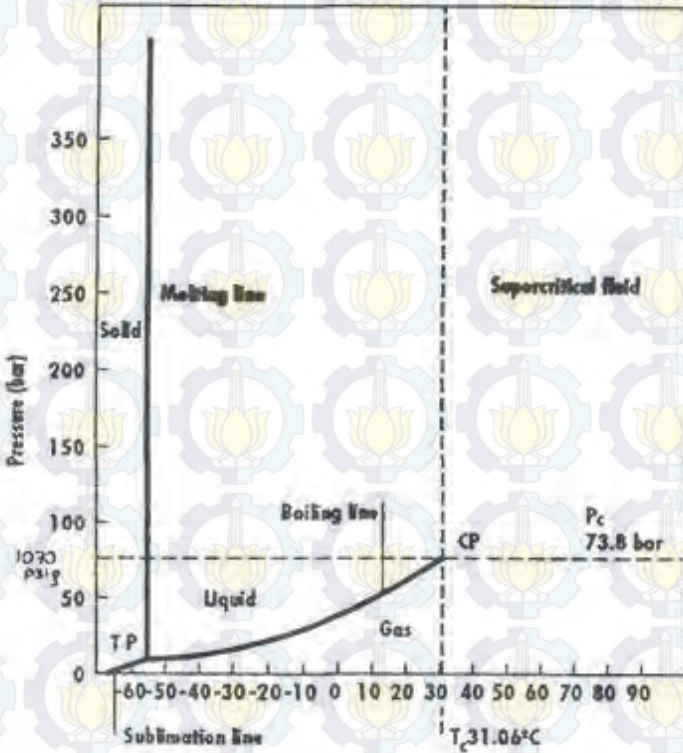
Properti	Gas	Fluida Superkritik	Cairan
Densitas (g/ml)	0,0006-0,002	0,2 – 0,5	0,6-1,6
Viskositas (g/cm.s)	0,0001-0,003	0,0001-0,0003	0,002-0,03
Difusivitas(cm <sup>2</sup> /s)	0,1-0,4	0,0007	0,000002-0,00002

**Tabel II.3** Kondisi kritis dari beberapa pelarut

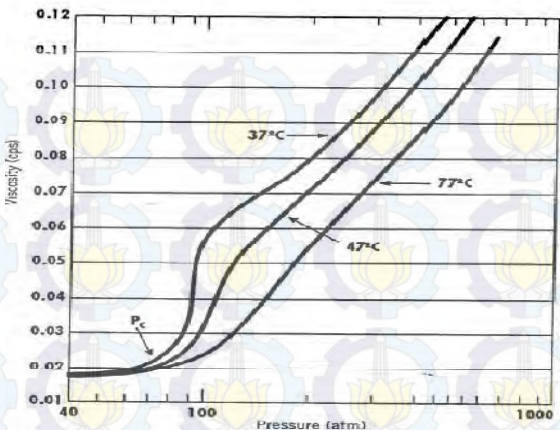
Nama	Formula	T <sub>c</sub> (°C)	P <sub>c</sub> (bar)
Karbon dioksida	CO <sub>2</sub>	31,1	73,8
Nitrogen Oksida	N <sub>2</sub> O	36,4	71,5
Amonia	NH <sub>3</sub>	132,4	111,3
Ethana	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	32,2	48,2



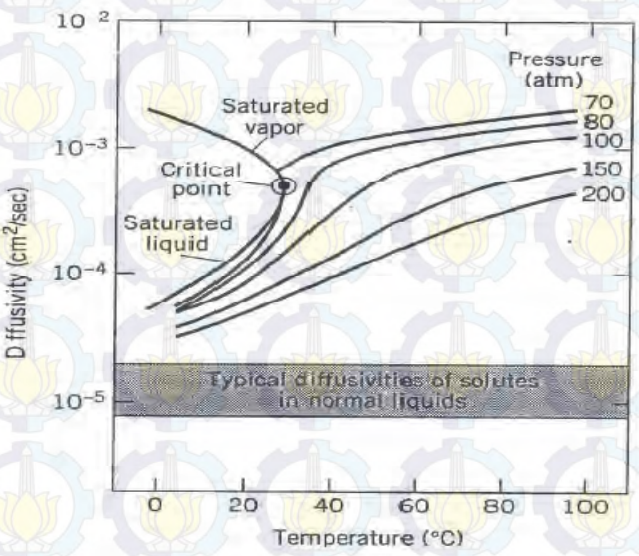
Propana	$C_3H_8$	96,6	41,9
Ethylene	$C_2H_4$	9,2	49,7
Freon-13	$CClF_3$	28,9	38,7
Air	$H_2O$	374	217,7



Gambar II.1 Pressure-Temperatur (PT) Diagram CO<sub>2</sub> Superkritis



**Gambar II.2** Viskositas CO<sub>2</sub> Pada Beberapa Temperatur dan Tekanan



**Gambar II.3** Difusivitas vs Temperatur Pada Beberapa Tekanan

## II.5. Analisa Senyawa Fitokimia Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometri Sinar Tampak (UV-Vis) adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu (Day, 2002). Sinar ultraviolet (UV) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (visible) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm. Pengukuran spektrofotometri menggunakan alat spektrofotometer yang melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Spektrum UV-Vis sangat berguna untuk pengukuran secara kuantitatif. Konsentrasi dari analit di dalam larutan bisa ditentukan dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan hukum Lambert-Beer (Rohman,2007).

Hukum Lambert-Beer menyatakan hubungan linieritas antara absorbansi dengan konsentrasi larutan analit dan berbanding terbalik dengan transmitansi. Dalam hukum Lambert-Beer tersebut ada beberapa pembatasan, yaitu :

- Sinar yang digunakan dianggap sebagai sinar monokromatis
- Penyerapan terjadi dalam volume yang mempunyai penampang yang sama
- Senyawa yang menyerap dalam larutan tersebut tidak tergantung terhadap yang lain dalam larutan tersebut
- Tidak terjadi fluoresensi atau fosforisensi
- Indeks bias tidak tergantung pada konsentrasi larutan

## II.6 Penelitian Terdahulu

Dewi Larasati, dkk (2005) melakukan ekstraksi  $\beta$ -karoten dan tokoferol dari biji carica dengan menggunakan beberapa pelarut, diantaranya yaitu: etil asetat, etil asetat:dietil eter (1:1), dietil eter, dietileter:heksana (1:1), heksana.  $\beta$ -karoten dan tokoferol yang bersifat nonpolar banyak terekstrak dengan

menggunakan pelarut etil asetat karena pelarut tersebut bersifat nonpolar daripada pelarut-pelarut yang lain.

Puah Chiew Wei, dkk (2005) melakukan eksperimen untuk mengekstrak  $\beta$ -karoten pada minyak sawit. Pada saat temperatur konstan dan tekanan dinaikkan, densitas dari  $\text{CO}_2$  meningkat sehingga kelarutan karotenoid dalam solven tersebut meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa kelarutan karotenoid sebanding dengan densitas dari  $\text{CO}_2$  superkritis. Selain itu, laju alir dari solven juga berpengaruh pada ekstraksi karotenoid ini. Apabila laju alir  $\text{CO}_2$  besar, kelarutan karotenoid terhadap  $\text{CO}_2$  juga besar, sehingga mempersingkat waktu ekstraksi.

Harisson, dkk (2007) mengesktrak senyawa  $\beta$ -karoten dan tokoferol dari serat ampas hasil perasan kelapa sawit dengan menggunakan ekstraksi superkritis. Kadar  $\beta$ -karoten dan tokoferol paling banyak diperoleh pada temperatur 313 K dan tekanan 30MPa. Hal ini disebabkan karena pada tekanan 10 dan 20MPa senyawa trigliserida dihilangkan.

Fiorella Toro dkk (2013) melakukan ekstraksi dengan menggunakan  $\text{CO}_2$  superkritis untuk mengambil  $\beta$ -karoten pada minyak sawit, dan didapatkan kandungan karotenoid tertinggi diperoleh pada temperatur 318K dan tekanan 15MPa sebesar 0.81mg  $\beta$ -karoten/g ekstrak.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

Proses ekstraksi digunakan untuk mengambil kandungan senyawa fitokimia ( $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol) dalam ampas kelapa sawit dengan menggunakan fluida superkritis secara *semi batch* pada berbagai kondisi operasi yaitu temperatur, tekanan, laju alir karbondioksida, dan laju alir co-solvent etanol. Temperatur operasi yang digunakan adalah 40, 60, dan 80 °C, pada tekanan 20, 30, dan 40 MPa. Laju alir CO<sub>2</sub> yang digunakan divariasikan sebesar 2, 3, dan 4 mL/min, dan laju alir co-solvent etanol yang digunakan 5 dan 7,5% dari volume CO<sub>2</sub> yang digunakan. Ampas kelapa sawit dimasukkan ke dalam ekstraktor yang mempunyai volume 25 ml. Ekstrak akan dianalisa menggunakan *Spektrofotometer UV-Vis*.

#### **III.1 Prosedur Percobaan**

Percobaan ini dibagi menjadi 4 tahap, yaitu:

1. Persiapan bahan
2. Tahap ekstraksi
3. Tahap *cleaning*
4. Tahap analisa

##### **III.1.1 Tahap Persiapan Bahan**

Ampas kelapa sawit hasil industri merupakan sisa hasil perasan buah sawit dari *screw press* yang masih terdapat minyak berkadar 5-6% (Naibaho, 1998). Literatur tidak menyebutkan bagaimana perhitungan kadar minyak dalam ampas kelapa sawit hasil perasan pabrik. Dalam penelitian kami tidak menggunakan ampas dari pabrik dikarenakan ampas sudah rusak karena lamanya waktu pengiriman.

Pengadaan ampas kelapa sawit dalam penelitian ini dibuat semirip mungkin dengan ampas keluaran pabrik. Buah kelapa sawit yang didapatkan dari perkebunan di Palangkaraya, direbus terlebih dahulu selama kurang lebih satu jam dengan tujuan untuk melunakkan buah sawit. Kemudian dilakukan

pengepresan untuk mengurangi kadar minyak kelapa sawit, lalu dilakukan pencacahan dengan tujuan untuk memperhalus permukaan. Karena adanya kendala pada peralatan, maka hasil perasan minyak dalam ampas tersebut tidak maksimal, sehingga dimungkinkan kandungan minyak yang masih tersisa lebih dari 5-6% seperti yang ada di literatur.

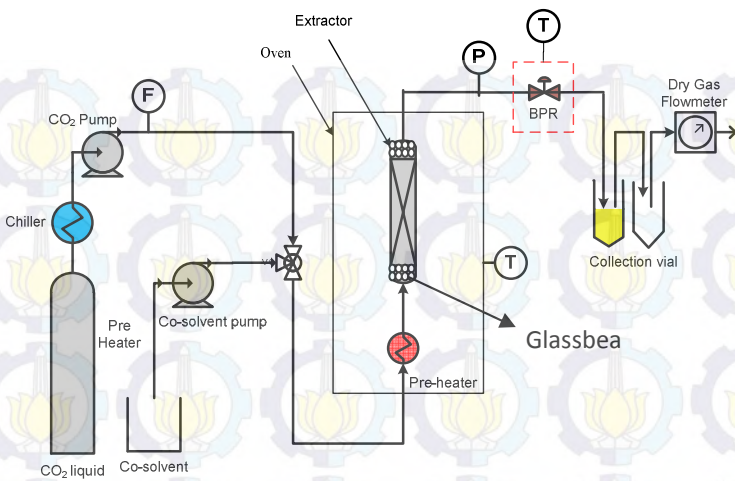
Ampas tersebut ditimbang terlebih dahulu sebelum dimasukkan ke dalam ekstraktor. Bagian bawah kolom ekstraktor terlebih dahulu diisi dengan *glassbead* sebanyak 2,5 gram, setelah itu ampas kelapa sawit yang sudah halus dimasukkan ke dalam ekstraktor, dan bagian atas ekstraktor juga diberi *glassbead* sebanyak 2,5 gram. Selanjutnya, memasang ekstraktor pada peralatan ekstraksi superkritis di dalam oven dan siap untuk dioperasikan.

### III.1.2 Tahap Ekstraksi

Skema peralatan ekstraksi yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.1. Langkah-langkah pelaksanaan ekstraksi dijelaskan sebagai berikut.

1. Memastikan peralatan sudah terhubung dengan sumber listrik dan BPR (Back Pressure Regulator) dalam keadaan tertutup.
2. Menghidupkan *chiller* dan menetapkan set temperaturnya pada 2°C.
3. Setelah *chiller* mencapai temperatur yang diinginkan, *temperature controller* pada *heater* dihidupkan dan menetapkan *set temperature* pada temperatur operasi, yaitu 40, 60, dan 80°C.
4. Menghidupkan pompa dan menunggu sampai kondisi pompa di monitor menjadi stabil.
5. Membuka *valve* tabung karbondioksida, kemudian memompa CO<sub>2</sub> dengan menetapkan laju alir sebesar 3, 4, dan 5 ml/min (pada pompa).

6. Mendinginkan CO<sub>2</sub> dengan *chiller* yang temperaturnya 2<sup>0</sup>C. Hal ini bertujuan agar CO<sub>2</sub> yang akan menuju pompa dalam keadaan liquid.
7. Memompa CO<sub>2</sub> yang keluar dari *chiller* dengan menekan tombol “*pump*” pada pompa HPLC hingga tekanannya naik sesuai variabel tekanan (20, 30, dan 40MPa).
8. Mengalirkan etanol sebagai co-solvent dengan laju alir sebesar 5% dan 7,5% dari laju alir CO<sub>2</sub>.
9. Setelah itu mengalirkan CO<sub>2</sub> ke dalam oven yang dilengkapi dengan *pre-heater* yang telah diset dengan temperatur sesuai variabel (40, 60, 80<sup>0</sup>C), sehingga pada temperatur tersebut, kondisi CO<sub>2</sub> telah menjadi kondisi fluida superkritis.
10. Secara *semi-batch*, mengontakkan CO<sub>2</sub> superkritis yang dialirkan ke dalam ekstraktor dengan buah atau ampas sawit. Waktu ekstraksi berlangsung selama 180 menit.
11. Pengambilan ekstrak dilakukan setiap 30 menit dengan cara menampungnya pada *collection vial*, serta mencatat angka pada *gas flowmeter*, kemudian mengganti dengan *collection vial* yang lain. Dengan cara yang sama, pengambilan ekstrak dilakukan selama proses ekstraksi sampai 3 jam. Setelah proses selesai, tekanan dalam kolom diturunkan dengan cara membuka BPR secara perlahan sampai kolom tidak bertekanan.
12. Ekstrak yang tertampung di *collection vial* diambil dan ditimbang beratnya kemudian disimpan untuk dianalisa.



**Gambar III.1** Skema peralatan ekstraksi secara *semi-batch* dengan CO<sub>2</sub> superkritis

### III.1.3 Tahap Cleaning

Melakukan *cleaning* setelah percobaan dengan tujuan untuk membersihkan sisa-sisa ekstrak yang tertinggal di dalam ekstraktor maupun di dalam *tube*. *Cleaning* dilakukan dengan cara memompa ethanol dan CO<sub>2</sub> superkritis ke dalam ekstraktor yang kemudian keluarannya ditampung di *collection vial*.

### III.1.4 Tahap Analisa

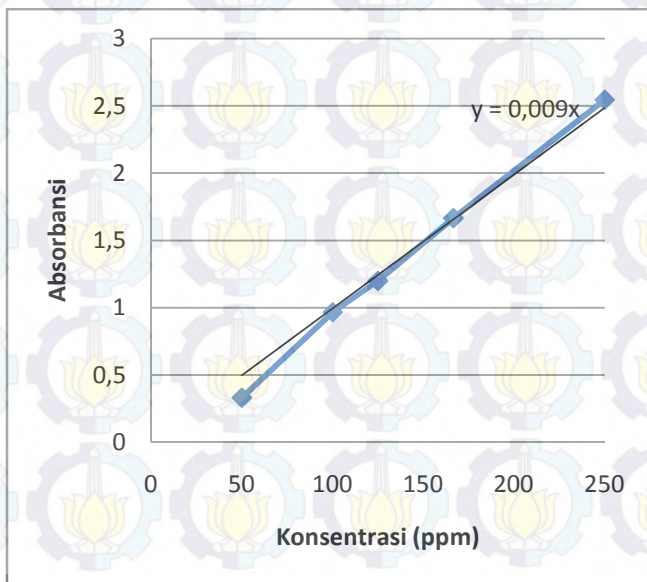
#### III.1.4.1 Spektrofotometer UV-Vis

Analisa kandungan  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol dalam ekstrak dilakukan dengan menggunakan metode spektrofotometri. Metode ini lebih mudah digunakan untuk mengetahui kandungan  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol karena menggunakan prinsip penyerapan panjang gelombang cahaya,



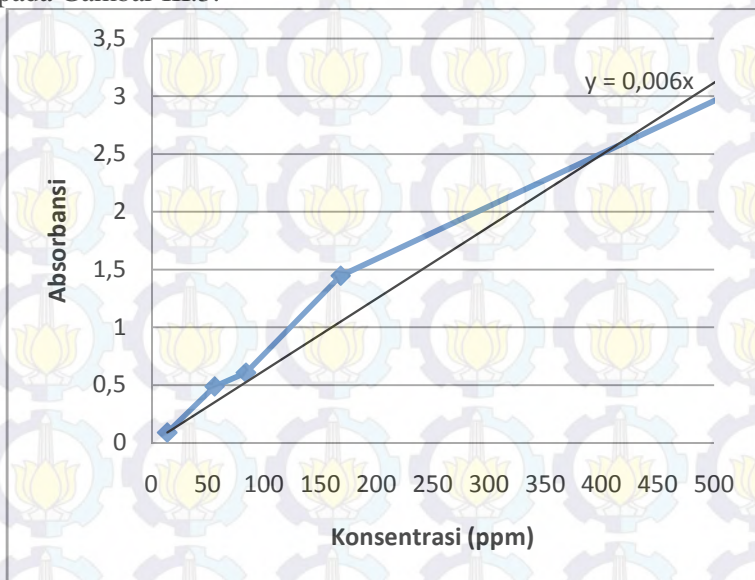
dimana panjang gelombang untuk  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol masing-masing sebesar 450 nm dan 293 nm. (Gracia, 2011)

Untuk analisa kandungan  $\beta$ -karoten, mula-mula spektrofotometer dikalibrasi terlebih dahulu, dengan cara memasukkan blanko (aquades) ke dalam kuvet, kemudian mengukur dengan spektrofotometer dengan panjang gelombang = 450 nm, kemudian mengatur nilai absorbansi = 0 dan nilai transmitansi = 100%. Setelah itu mengukur absorbansi larutan  $\beta$ -karoten standar dengan konsentrasi 50 hingga 250 ppm. Larutan standar tersebut dilarutkan dalam n-heksana. Kemudian membuat kurva kalibrasi  $\beta$ -karoten dari nilai absorbansi yang diperoleh. Selanjutnya mengukur absorbansi ekstrak yang telah dilarutkan dalam n-heksana dan nilai absorbansi yang diperoleh dibandingkan dengan persamaan kurva kalibrasi  $\beta$ -karoten standar yang telah dibuat. Kurva kalibrasi  $\beta$ -karoten ditunjukkan pada Gambar III.2.



**Gambar III.2** Kurva kalibrasi  $\beta$ -karoten

Untuk analisa kandungan  $\alpha$ -tokoferol, mula-mula spektrofotometer dikalibrasi terlebih dahulu, dengan cara memasukkan blanko (aquades) ke dalam kuvet, kemudian mengukur dengan spektrofotometer dengan panjang gelombang = 293 nm, kemudian mengatur nilai absorbansi = 0 dan nilai transmitansi = 100%. Setelah itu mengukur absorbansi larutan  $\alpha$ -tokoferol standar dengan konsentrasi 14 hingga 504 ppm. Larutan standar tersebut dilarutkan dalam n-heksana. Kemudian membuat kurva kalibrasi  $\alpha$ -tokoferol dari nilai absorbansi yang diperoleh. Selanjutnya mengukur absorbansi ekstrak yang telah dilarutkan dalam n-heksana dan nilai absorbansi yang diperoleh dibandingkan dengan persamaan kurva kalibrasi  $\alpha$ -tokoferol standar yang telah dibuat. Kurva kalibrasi  $\alpha$ -tokoferol ditunjukkan pada Gambar III.3.



**Gambar III.3** Kurva kalibrasi  $\alpha$ -tokoferol

## III.2 Bahan dan Alat

### III.2.1 Bahan yang digunakan untuk ekstraksi

1. Kelapa sawit dari Palangkaraya.
2. CO<sub>2</sub> dengan kemurnian 99 % dibeli dari PT Samator.
3. Ethanol 99,8% (CAS : 64-17-5) diproduksi oleh PT Smart Lab Indonesia untuk proses ekstraksi sebagai *co-solvent* dan untuk *cleaning*
4.  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol standardar Wako untuk analisa spektrofotometer UV Vis

### III.2.2 Alat yang digunakan untuk ekstraksi

#### III.2.2.1 Alat ekstraktor ini terdiri dari:

- a. *Chiller*  
*Chiller* yang digunakan adalah Yamato Neocool Circulator CF 600. *Chiller* ini berfungsi sebagai pendingin bagi karbondioksida sebelum masuk pompa. Hal ini dimaksudkan agar karbon dioksida sebelum masuk ke dalam kolom ekstraksi tetap dalam keadaan cair.
- b. Kolom Ekstraksi  
Kolom ekstraksi yang digunakan terbuat dari stainless steel yang berbentuk silinder dengan dimensi: tinggi 13 cm dan diameter dalam 2,06 cm.
- c. *Collection vial*  
*Collection vial* yang digunakan berbahan polipropilen. Alat ini sebagai penampung ekstrak dan tempat terpisahnya antara pelarut (CO<sub>2</sub>) dengan ekstrak.
- d. *Oven*  
*Oven* digunakan sebagai pemanas untuk menaikkan dan menjaga suhu operasi ekstraksi. *Oven* ini bisa beroperasi hingga mencapai suhu 200°C
- e. *Back Pressure Regulator*  
Berfungsi sebagai pengatur tekanan proses. Pengatur ini dapat menahan tekanan hingga 50 MPa. *Back Pressure*

*Regulator* dilengkapi dengan pemanas, yang bertujuan agar karbondioksida yang keluar dari BPR tidak mengalami *freezing* (pembekuan) sehingga tidak menyumbat *tube* produk yang keluar.

g. *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) *pump*

Ada 2 pompa yang digunakan :

1. Jasco PU-1586. Pompa ini digunakan untuk memompa karbondioksida sampai pada tekanan operasi yang diinginkan. Pompa mempunyai tekanan maksimum 50 MPa. Laju alir maksimal pada pompa adalah 20 ml/min.
2. Shimadzu LC-10AT VP, Pompa ini digunakan untuk memompa *co-solvent* dengan laju alir maksimal 9 ml/min.

h. *Gas Flowmeter*

Gas flowmeter berfungsi sebagai pengukur banyaknya karbondioksida yang terpakai selama proses berlangsung. Pengukur ini dalam satuan m<sup>3</sup> dan liter, akan tetapi untuk penelitian ini yang dipakai adalah dalam satuan liter.

i. *Valve Residu*

*Valve* residu digunakan untuk mengambil residu saat percobaan. *Valve Residu* bisa menahan tekanan hingga 30 MPa. *Valve* residu dilengkapi dengan pemanas agar residu yang keluar tidak mengalami *freezing* dan tidak menyumbat pipa keluaran.

j. *Gelas Ukur*

Gelas ukur digunakan sebagai tempat *co-solvent* yang akan dipompa. Gelas ukur yang digunakan berukuran 200 mL. Gelas ukur dilengkapi dengan *silicon tube* yang disambungkan ke pompa *co-solvent*.

### III.2.2.2 Alat Analisa Kandungan $\beta$ -karoten dan tokoferol

#### *Spektrofotometer UV-Vis*

Spektrofotometer UV-Vis digunakan sebagai alat untuk menganalisa komponen secara kuantitatif ekstrak  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol. Spektrofotometer yang digunakan adalah spektrofotometer UV-Vis Genesys 10S dari Thermo Scientific.



## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

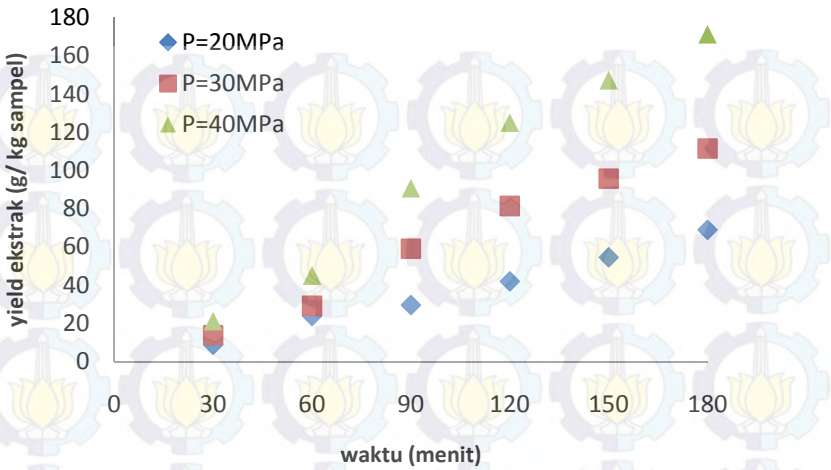
Dalam penelitian ini, dipelajari pengaruh kondisi operasi ekstraksi (tekanan, temperatur, laju alir pelarut, dan penambahan *co-solvent*) menggunakan karbondioksida superkritis terhadap ekstrak senyawa fitokimia berupa  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol dari ampas kelapa sawit. Percobaan dilakukan pada berbagai variasi kondisi operasi, seperti tekanan, temperatur, *flow rate* CO<sub>2</sub>, dan *flow rate* ethanol. Hasil eksperimen kemudian dipelajari untuk mengetahui kondisi operasi optimal pada ekstraksi secara semi-batch untuk mendapatkan kandungan  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol yang terbanyak.

Untuk mengetahui kandungan awal dari  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol di dalam ampas kelapa sawit yang digunakan, ampas kelapa sawit diekstrak menggunakan metode ekstraksi sokletasi dengan pelarut organik (n-heksana) selama 10 jam. Dari hasil analisa didapatkan bahwa kandungan awal  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol di dalam sampel ampas kelapa sawit berturut-turut sebesar 775,22 dan 1392,53 mg/kg ampas kelapa sawit.

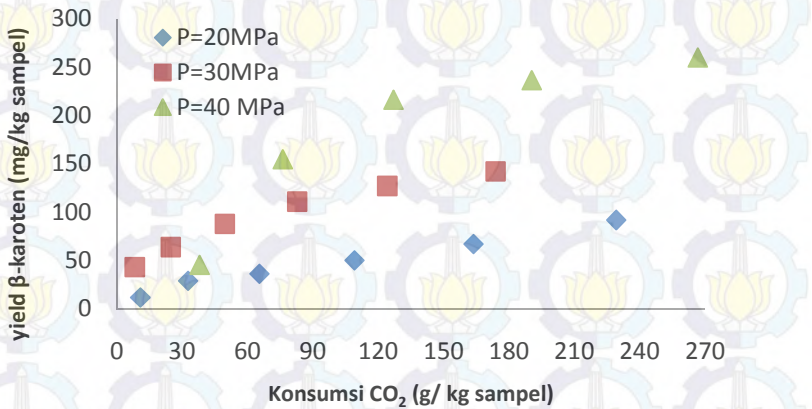
#### **IV.1. Pengaruh Tekanan terhadap Proses Ekstraksi**

Kondisi operasi fluida superkritis mempengaruhi kemampuan fluida tersebut dalam melakukan ekstraksi terhadap *solute*. Dalam bab ini akan dibahas 3 properti utama CO<sub>2</sub> superkritis yang dipengaruhi oleh tekanan dan suhu operasi dalam ekstraksi, yaitu : densitas, viskositas, dan difusivitas.

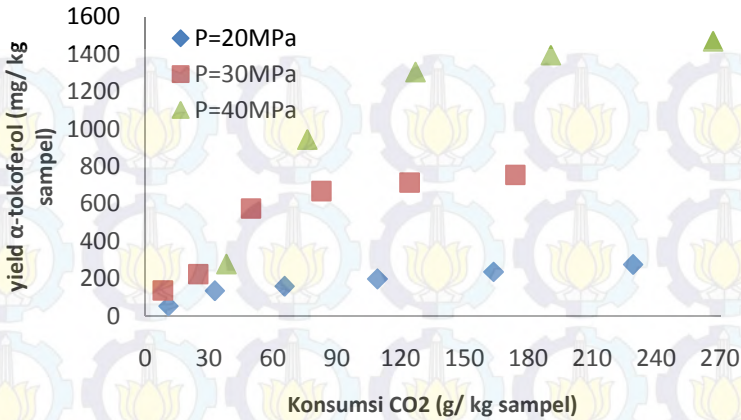
Pengaruh tekanan terhadap proses ekstraksi pada penelitian ini dipelajari pada temperatur konstan sebesar 40°C, *flow rate* CO<sub>2</sub> konstan sebesar 3mL/min, dan tanpa penambahan *co-solvent*. Untuk mempelajari pengaruh tekanan dalam ekstraktor, maka tekanan operasi divariasikan sebesar 20, 30, dan 40 MPa.



**Gambar IV.1** Pengaruh tekanan terhadap yield ekstrak pada kondisi operasi suhu 40°C dan *flow rate* CO<sub>2</sub> 3 ml/menit.



**Gambar IV.2** Pengaruh tekanan terhadap yield β-karoten pada kondisi operasi suhu 40°C dan *flow rate* CO<sub>2</sub> 3 ml/menit.



**Gambar IV.3** Pengaruh tekanan terhadap yield  $\alpha$ -tokoferol pada kondisi operasi suhu  $40^{\circ}\text{C}$  dan *flow rate*  $\text{CO}_2$  3 ml/menit.

Gambar IV.1, Gambar IV.2, dan Gambar IV.3 berturut-turut menunjukkan hasil penelitian tentang pengaruh tekanan terhadap yield ekstrak, yield  $\beta$ -karoten, dan yield  $\alpha$ -tokoferol. Yield ekstrak dan yield  $\beta$ -karoten masing-masing didefinisikan sebagai berat ekstrak atau berat  $\beta$ -karoten dibagi dengan berat *starting material* (sampel) yang dimasukkan ke dalam ekstraktor.

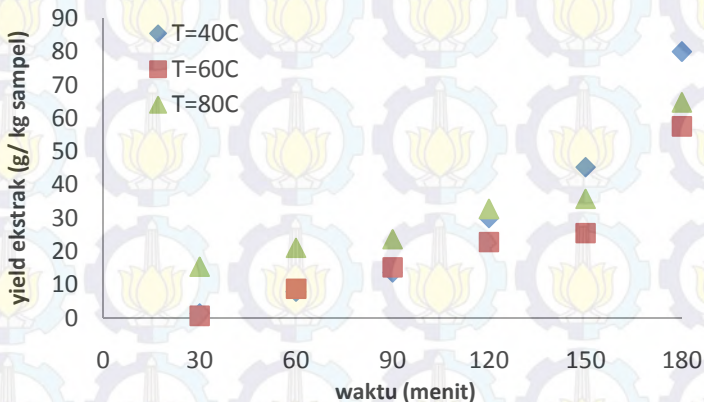
Pada Gambar IV.1, gambar IV.2, dan gambar IV.3 terlihat bahwa yield ekstrak, yield  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol meningkat dengan adanya kenaikan tekanan operasi. Kenaikan tekanan mengakibatkan meningkatnya densitas fluida superkritis, sehingga kekuatan  $\text{CO}_2$  superkritis sebagai solvent untuk melarutkan solute juga akan meningkat. Kenaikan densitas  $\text{CO}_2$  menunjukkan bertambahnya jumlah  $\text{CO}_2$  per satuan volume, yang menyebabkan semakin bertambahnya molekul  $\text{CO}_2$  untuk mengekstrak solute.



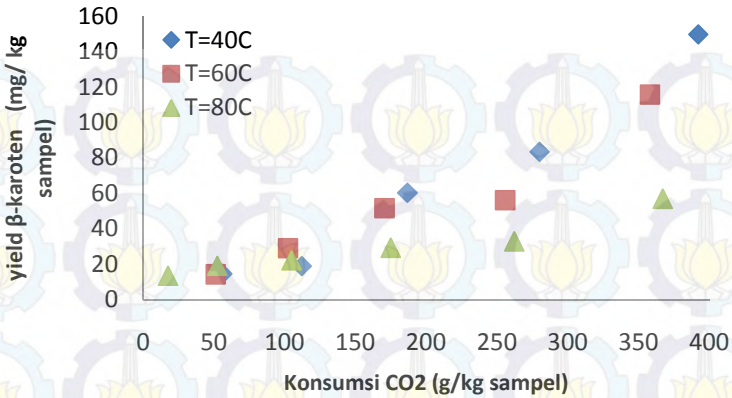
## IV.2. Pengaruh Temperatur terhadap Proses Ekstraksi

Seperti halnya dengan tekanan, suhu operasi juga mempengaruhi densitas, difusivitas, dan viskositas  $\text{CO}_2$  superkritis dalam ekstraksi ampas kelapa sawit. Densitas  $\text{CO}_2$  superkritis turun drastis dengan kenaikan temperatur pada tekanan rendah, sebaliknya pada tekanan tinggi, perubahan temperatur tidak terlalu mempengaruhi densitas  $\text{CO}_2$ .

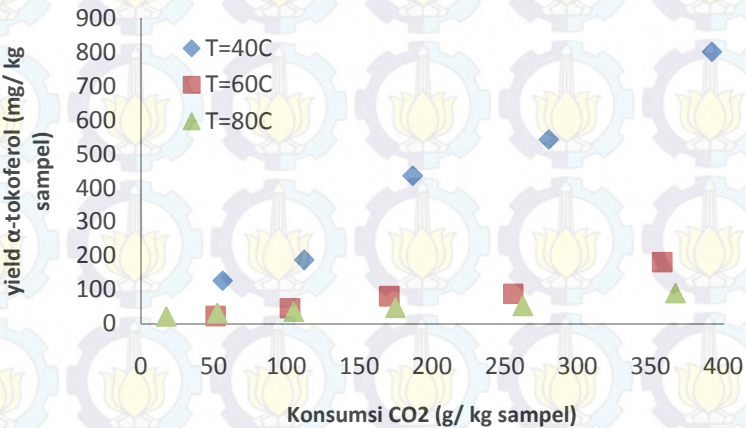
Pengaruh temperatur pada proses ekstraksi superkritis ini dipelajari pada tekanan konstan 20 MPa, dan laju alir  $\text{CO}_2$  sebesar 5 mL/menit. Untuk mengetahui pengaruh temperatur operasi, maka temperatur operasi divariasikan sebesar 40, 60, dan 80°C. Gambar IV.4 berikut menunjukkan hasil penelitian tentang pengaruh temperatur operasi ekstraksi.



**Gambar IV.4** Pengaruh temperatur terhadap yield ekstrak pada kondisi operasi tekanan 20MPa dan *flow rate*  $\text{CO}_2$  5 ml/menit.



**Gambar IV.5** Pengaruh temperatur terhadap yield  $\beta$ -karoten dengan kondisi operasi tekanan 20MPa dan *flow rate* CO<sub>2</sub> 5 ml/menit.



**Gambar IV.6** Pengaruh temperatur terhadap yield  $\alpha$ -tokoferol dengan kondisi operasi tekanan 20MPa dan *flow rate* CO<sub>2</sub> 5 ml/menit.

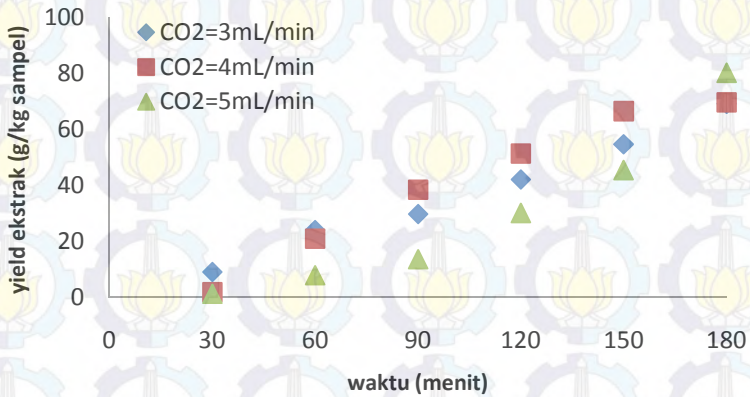
Pada gambar IV.4 terlihat bahwa yield ekstrak akan semakin menurun saat temperatur operasi dinaikkan dari 40°C hingga 80°C. Hal ini dikarenakan densitas solubilitas solute dalam CO<sub>2</sub> mengalami penurunan akibat naiknya temperatur. Dengan menurunnya densitas CO<sub>2</sub>, mengakibatkan transfer massa berkurang karena jumlah CO<sub>2</sub> per satuan volume menurun. Pada gambar IV.4 menunjukkan penurunan yield yang cukup signifikan dari perubahan temperatur operasi 40°C menjadi 60°C, sedangkan perbedaan yield ekstrak pada temperatur 60°C dengan 80°C tidak terlalu besar.

Pada gambar IV.5 dan gambar IV.6, hubungan antara yield  $\beta$ -karoten dan  $\alpha$ -tokoferol dengan konsumsi CO<sub>2</sub>. Kedua gambar tersebut menunjukkan kecenderungan yang sama, yaitu yield yang terekstrak akan menurun saat temperatur operasi dinaikkan. Hal ini juga berkaitan dengan sifat fitokimia yang mudah terdegradasi pada temperatur yang tinggi. Konsumsi CO<sub>2</sub> per satuan volume yang dipakai melarutkan solute lebih sedikit dikarenakan densitas yang semakin kecil, sehingga yield yang didapatkan semakin sedikit. Hal ini menunjukkan penurunan kelarutan solute dalam CO<sub>2</sub> juga semakin kecil dengan kenaikan suhu. Dapat dilihat pada suhu 40°C konsumsi CO<sub>2</sub> masih dalam jumlah lebih banyak dibandingkan dengan suhu 60°C dan 80°C. Yield ekstrak yang dihasilkan pada suhu 40°C juga masih dalam jumlah lebih banyak dibandingkan pada suhu 60°C dan 80°C yang mengalami penurunan jumlah yield ekstrak baik  $\beta$ -karoten maupun  $\alpha$ -tokoferol.

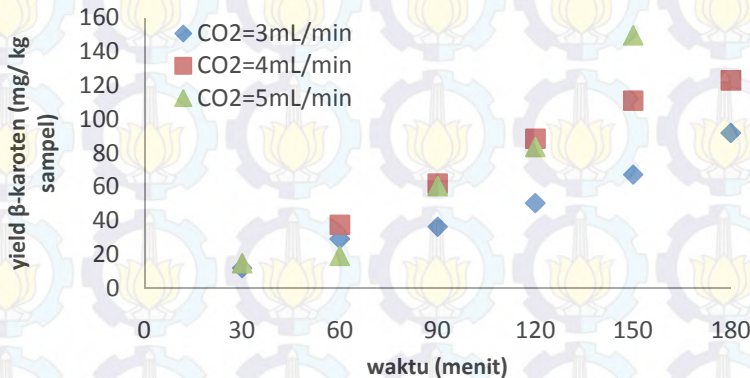
### **IV.3. Pengaruh *Flow Rate* CO<sub>2</sub> terhadap Proses Ekstraksi**

Untuk mengetahui pengaruh flow rate CO<sub>2</sub> pada ekstraksi superkritis, maka flow rate CO<sub>2</sub> divariasikan 3, 4, dan 5 mL/menit pada kondisi tekanan dan temperatur konstan, yaitu

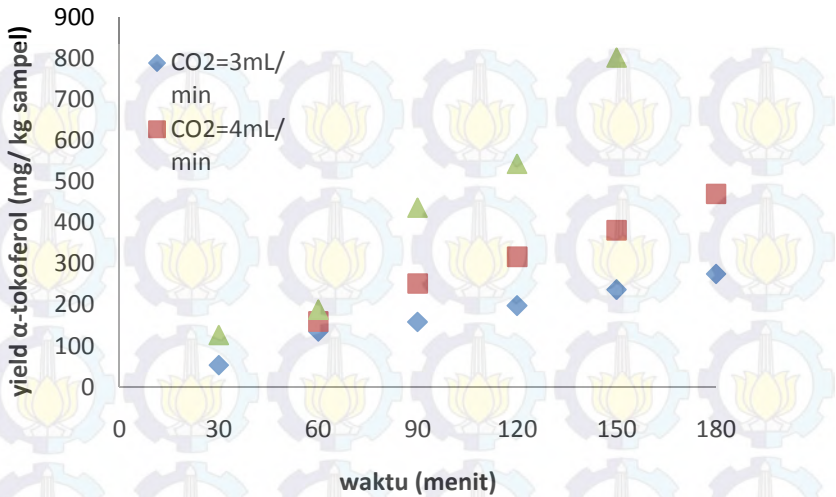
pada tekanan 20 MPa dan temperatur 40°C. Gambar IV.5 menunjukkan pengaruh flow rate CO<sub>2</sub> terhadap yield ekstraksi.



**Gambar IV.7** Pengaruh *flow rate* CO<sub>2</sub> terhadap yield ekstrak pada kondisi operasi tekanan 20 MPa dan temperatur 40°C



**Gambar IV.8** Pengaruh *flow rate* CO<sub>2</sub> terhadap yield β-karoten pada kondisi operasi tekanan 20 MPa dan temperatur 40°C

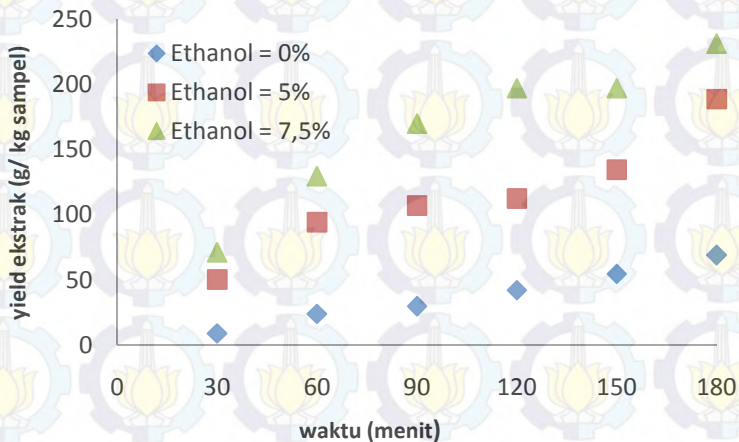


**Gambar IV.9** Pengaruh *flow rate* CO<sub>2</sub> terhadap yield α-tokoferol dengan kondisi operasi tekanan 20 MPa dan temperatur 40°C

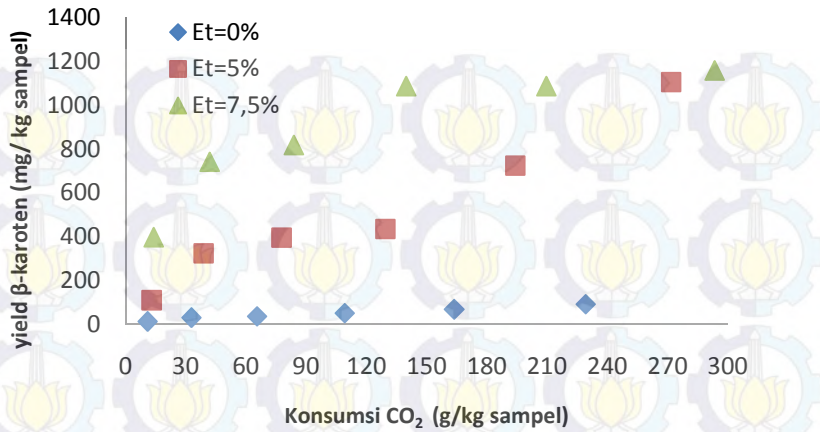
Dari gambar IV.7, IV.8, dan IV.9, dapat diketahui bahwa perubahan *flow rate* berpengaruh terhadap yield β-karoten dan α-tokoferol yang terkestrak. Yield β-karoten dan α-tokoferol terbesar setelah 180 menit waktu ekstraksi adalah pada *flow rate* 5 mL/menit. Hal ini dikarenakan pada penambahan *flow rate*, terjadi peningkatan jumlah molekul CO<sub>2</sub> serta peningkatan interaksi intermolekular antara *solvent* dan *solute*, sehingga *solute* yang terekstrak juga semakin banyak.

#### IV.4. Pengaruh *Co-solvent* terhadap Proses Ekstraksi

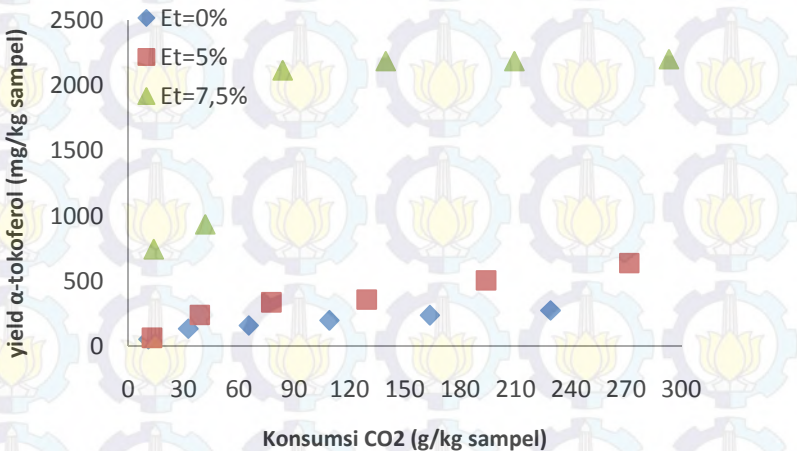
Pengaruh penambahan *co-solvent* berupa etanol terhadap yield ekstrak pada ekstraksi fitokimia dari ampas kelapa sawit ini diteliti dengan cara memvariasikan %volume etanol yang dialirkan, yaitu 0%, 5%, dan 7,5%. Dari variasi jumlah etanol yang ditambahkan, dapat diketahui bahwa penambahan etanol sebagai *co-solvent* akan mempengaruhi kelarutan ekstrak dalam solvent. Penambahan *co-solvent* menyebabkan jumlah yield meningkat dikarenakan peningkatan kepadatan pelarut dan interaksi antarmolekul. Hal ini ditunjukkan pada gambar IV.10, IV.11, dan IV.11 berikut :



**Gambar IV.10** Pengaruh *co-solvent* terhadap yield ekstrak, pada kondisi operasi tekanan 20 MPa dan temperatur 40°C, *flow rate* CO<sub>2</sub> 3mL/min



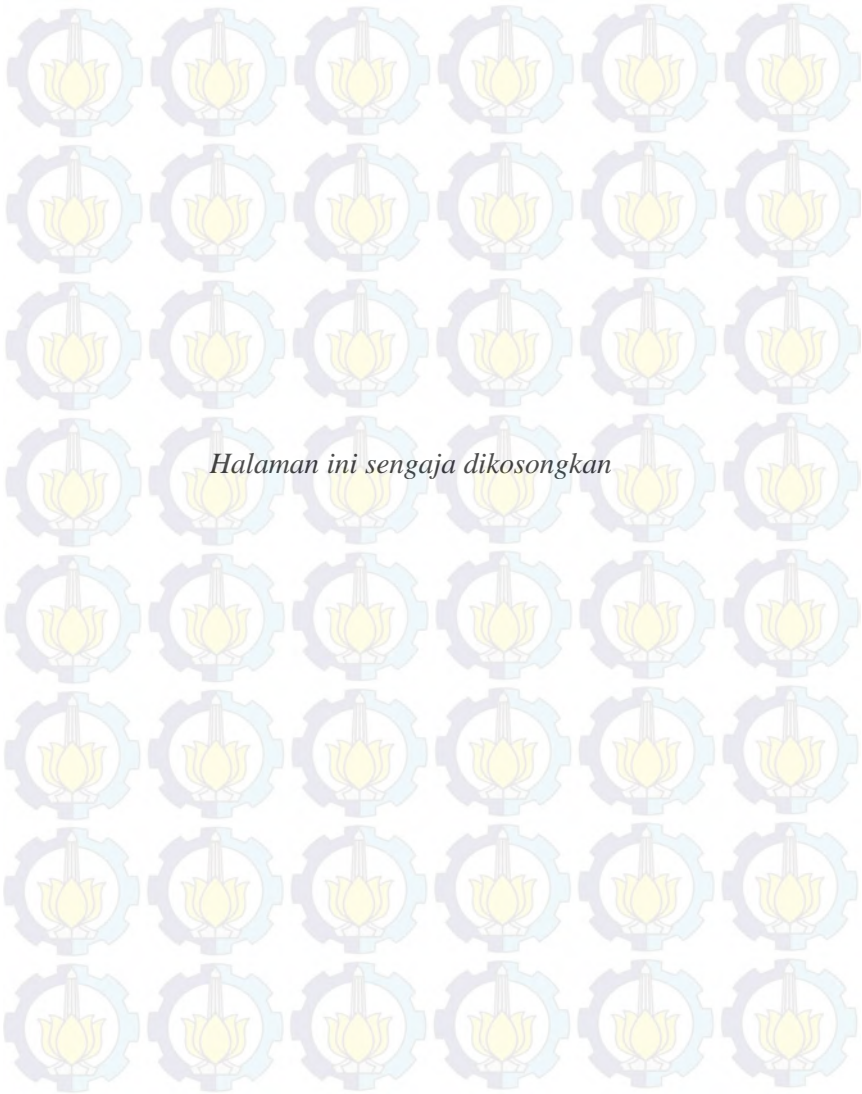
**Gambar IV.11** Pengaruh *co-solvent* terhadap yield  $\beta$ -karoten pada kondisi operasi tekanan 20 MPa dan temperatur 40°C, *flow rate* CO<sub>2</sub> 3mL/min



**Gambar IV.12** Pengaruh *co-solvent* terhadap yield  $\alpha$ -tokoferol pada kondisi operasi tekanan 20 MPa dan temperatur 40°C, *flow rate* CO<sub>2</sub> 3mL/min

Dari gambar IV.10, IV.11, dan IV.12 dapat diketahui bahwa semakin banyak etanol yang ditambahkan sebagai *co-solvent*, semakin besar pula yield ekstrak,  $\beta$ -karoten, maupun  $\alpha$ -tokoferol yang dihasilkan. *Co-solvent* berfungsi untuk meningkatkan efisiensi ekstraksi, dimana hasil ekstrak yang didapatkan akan lebih banyak. Penambahan *co-solvent* etanol ini dapat mempengaruhi properties dari CO<sub>2</sub> superkritis. Dengan ditamhakkannya etanol, *bulk density* dari CO<sub>2</sub> superkritis meningkat yang disebabkan oleh densitas yang tinggi dari etanol dan terjadinya *clustering* molekul CO<sub>2</sub> superkritis di sekitar etanol. Selain itu, etanol membantu mengembangkan pori-pori biomass, sehingga menambah interaksi CO<sub>2</sub> superkritis dengan sel matriks solute.





## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### V.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Kenaikan tekanan operasi menyebabkan yield ekstrak,  $\beta$ -karoten, dan  $\alpha$ -tokoferol yang dihasilkan semakin besar. Hal tersebut karena kenaikan tekanan operasi mengakibatkan adanya kenaikan densitas CO<sub>2</sub> sehingga kekuatan solvent untuk melarutkan solute meningkat.
2. Kenaikan temperatur operasi menyebabkan yield ekstrak,  $\beta$ -karoten, dan  $\alpha$ -tokoferol yang dihasilkan semakin kecil. Hal tersebut karena dengan adanya kenaikan temperatur maka densitas CO<sub>2</sub> menurun yang menyebabkan solubilitas solute juga menurun. Disamping itu, senyawa  $\beta$ -karoten, dan  $\alpha$ -tokoferol terdegradasi pada temperatur tinggi.
3. Perubahan flow CO<sub>2</sub> tidak berpengaruh secara signifikan. Hal ini dikarenakan pada penambahan *flow rate*, terjadi peningkatan jumlah molekul CO<sub>2</sub> serta peningkatan interaksi intermolekular antara *solvent* dan *solute*, sehingga *solute* yang terekstrak juga semakin banyak. Akan tetapi, pada penambahan *flow rate*, waktu tinggal *solvent* dalam reaktor semakin sedikit, sehingga hal ini akan mengakibatkan waktu kontak antara *solvent* dan *solute* semakin kecil.
4. Penambahan co-solvent etanol dapat meningkatkan solubility fluida CO<sub>2</sub> sehingga yield ekstrak,  $\beta$ -karoten, dan  $\alpha$ -tokoferol meningkat.
5. Kondisi optimum yang didapatkan yaitu pada tekanan 20 MPa, temperatur 40°C, flow rate CO<sub>2</sub> 3mL/min, dan flow rate ethanol 7,5% dimana kadar  $\beta$ -karoten, dan  $\alpha$ -tokoferol yang dihasilkan sebesar 1157,64 dan 2203,06 mg/ kg sampel.

## V.2 Saran

Hasil yang diperoleh masih kurang sempurna pada beberapa kondisi operasi ekstraksi. Maka, untuk mendapatkan hasil yang lebih baik disarankan :

1. Melakukan *cleaning* sebelum dan sesudah melakukan eksperimen, agar alat bisa bekerja secara optimal.
2. Melakukan pengecekan alat seperti pompa solvent maupun entrainer agar tekanan konstan ketika eksperimen

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2006. *Kelapa Sawit*. Wikipedia. (<http://en.wikipedia.org/wiki/carotenoids>, diakses pada 09 Agustus 2014, 10.00)
- Anonim. 2012. *Karotenoid Sebagai Antioksidan*. (<http://www.pabrikasawitcom.blogspot.com/2012/01/karotenoid-sebagai-antioksidan.html>, diakses pada tanggal 09 Agustus 2014, 10.00)
- Anonim. 2010. *Pemisahan Senyawa dengan Kromatografi*. (<http://www.slideshare.net/kikiworo/laporan-pemisahan-senyawa-dengan-metode-kromatografi>, diakses pada 12 Agustus 2014, 13.00)
- Anonim. 2014. *Manfaat dan Fungsi Vitamin E (Tokoferol) untuk Tubuh Manusia*. (<http://manfaatbuahdaun.blogspot.com/2014/01/manfaat-dan-fungsi-vitamin-e-tokoferol.html>, diakses pada 13 Agustus 2014, 11.00)
- Ahamad, Nauman; Muhammad Saleemullah. 2007. *Determination of Beta Carotene Content in Fresh Vegetables Using High Performance Liquid Chromatography*.
- Choo Y.M. 1994. *Palm Oil Carotenoids*. The United Nation University Press Food and Nutrition Buletin, Vol. 15.

Day, R. A. dan A. L. Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi Keenam. Jakarta. Penerbit Erlangga.

Durante, Miriana. 2014. *Supercritical Carbon Dioxide Extraction of Carotenoids from Pumpkin (Cucurbita spp.): A Review*. Italy: Università del Salento

Gracia, Ignacio dan Juan Francisco Rodriguez. 2011. *Optimization of Supercritical CO<sub>2</sub> process for the concentration of tocopherol, carotenoids, and chlorophylls from residual olive husk*. Spanyol: University of Castilla-La Mancha

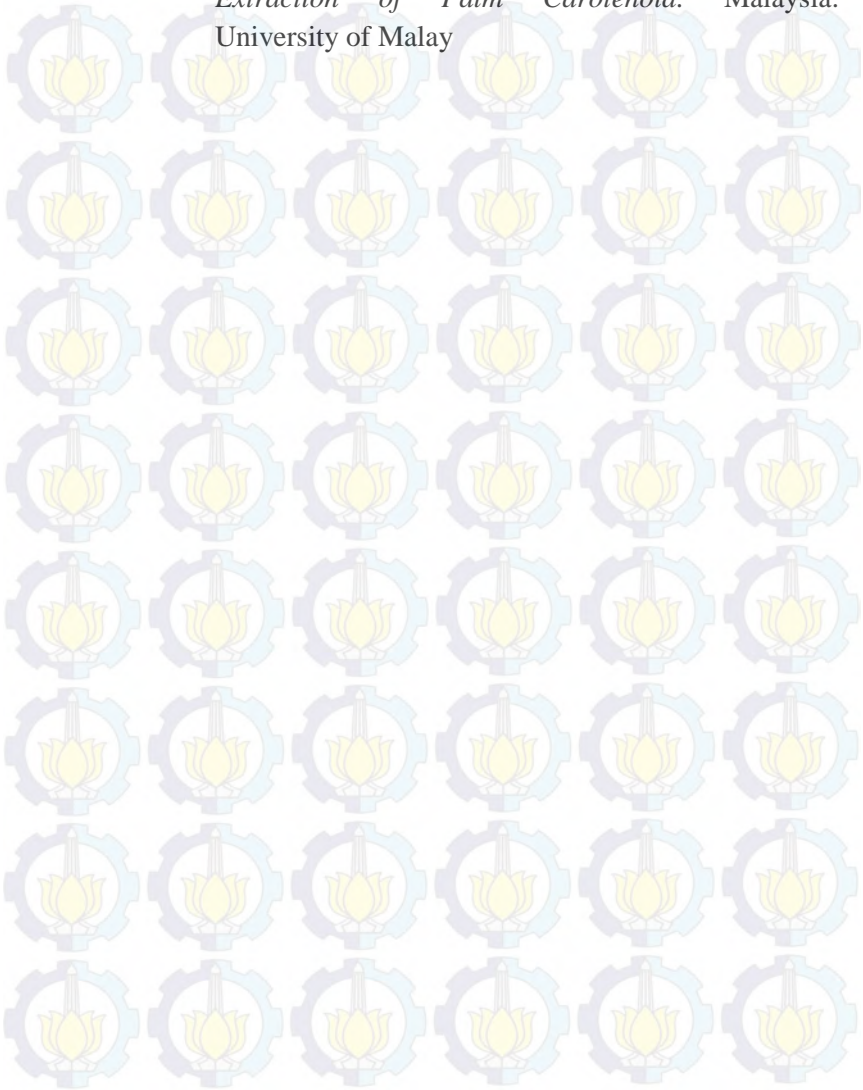
Larasati, D. dan Haslina. 2005. *Pengaruh Jenis Pelarut Pada Pembuatan Minyak Makan Biji Carica Dieng Terhadap Kandungan Beta Karoten dan Vitamin E (Tokoferol)*. Semarang: Universitas Semarang

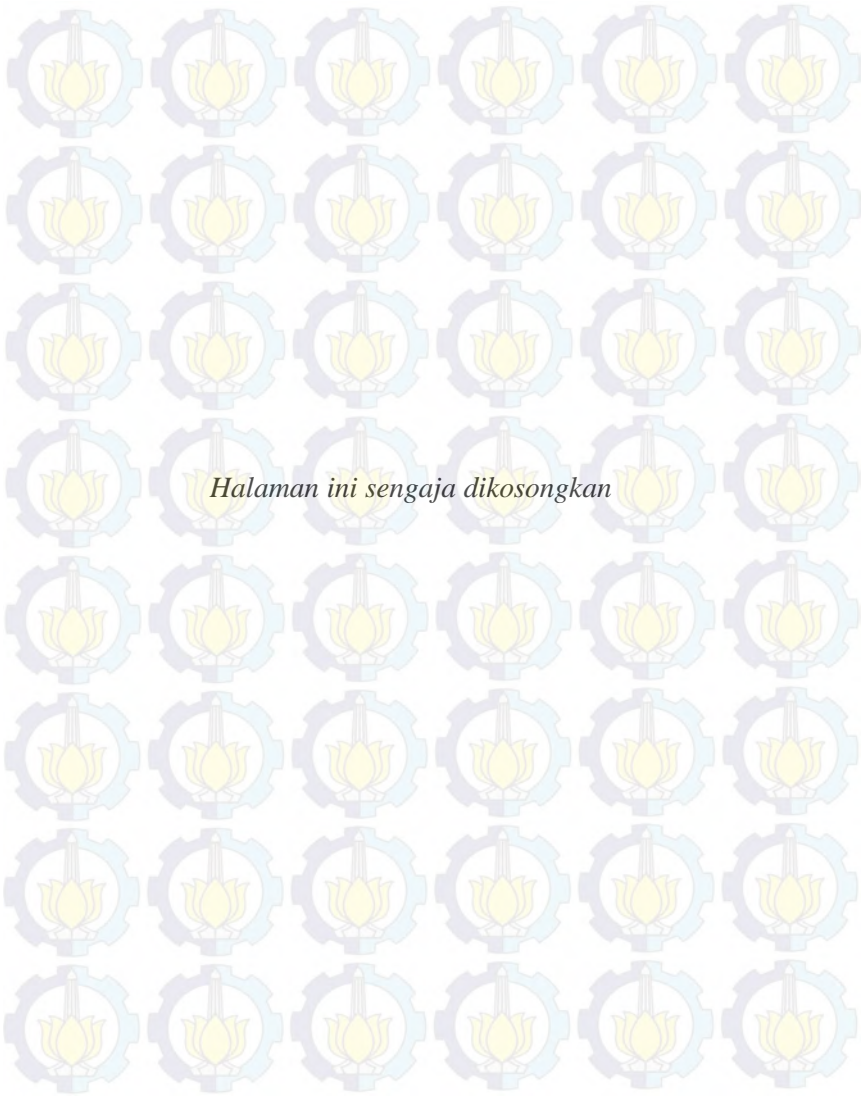
Lau, H.L dan Yuen May Choo. 2007. *Selective Extraction of Palm Carotene and Vitamin E From Fresh Palm-Pressed Mesocarp Fiber (Elaeis guineensis) Using Supercritical CO<sub>2</sub>*. Malaysia: University of Malaya

Tasbih, Muhammad. 2011. *Paper Fitokimia*. Online di <http://tasbihgen.wordpress.com/2011/11/27/paper-fitokimia/>, diakses pada 09 Agustus 2014, 10.00

Toro, F. dan Tania. 2013. *Integrated Supercritical Fluid Extraction and Subcritical Water Hydrolysis for The Recovery of Bioactive Compounds From Pressed Palm Fiber*. Brazil: University of Campinas

Wei, P.H dan Cho Yuen. 2005. *Supercritical Fluid  
Extraction of Palm Carotenoid*. Malaysia:  
University of Malay





*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## APPENDIKS A

### A.1. CONTOH PERHITUNGAN

#### A.1.1. PERHITUNGAN YIELD EKSTRAK

Kondisi Operasi	
Tekanan	20 MPa
Temperatur	40°C
Flow rate CO2	3 mL/min
Flow rate etanol	0%
Massa sampel	14,5 g

Massa ekstrak = massa botol vial terisi – massa botol vial kosong

Waktu (menit)	Berat vial kosong (g)	Berat vial terisi (g)	Ekstrak (g)
30	12,9566	13,0884	0,1318
60	12,975	13,1929	0,2179
90	13,0583	13,1411	0,0828
120	13,0577	13,2374	0,1797
150	12,9966	13,1789	0,1823
180	12,9964	13,2063	0,2099

$$\text{Yield ekstrak} = \frac{\text{Massa ekstrak}(g)}{\frac{\text{Massa sampel}}{1000} \text{ kg}}$$

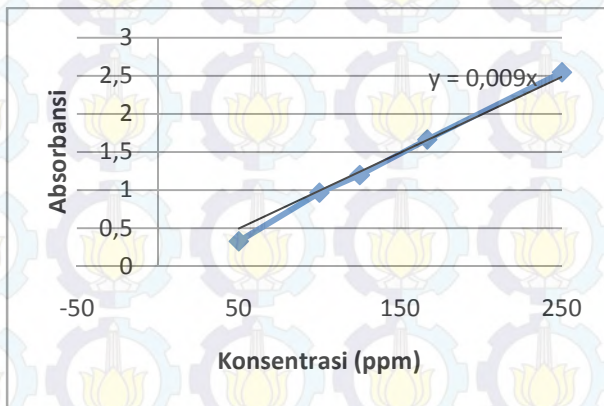
$$\begin{aligned} \text{Yield ekstrak (30 menit)} &= \frac{0,1318}{\frac{14,5}{1000}} \\ &= 9,06 \text{ g/kg sampel} \end{aligned}$$



Waktu (menit)	Akumulasi (g/kg)
30	9,06402586
60	24,0492401
90	29,7434839
120	42,1016436
150	54,6386081
180	69,0736538

## A.1.2 PERHITUNGAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

### A.1.2.1. PERHITUNGAN YIELD $\beta$ -KAROTEN



Dari kalibrasi konsentrasi  $\beta$ -karoten dengan menghubungkan plot antara absorbansi dengan konsentrasi  $\beta$ -karoten, didapatkan persamaan regresi linier:  $y = 0,009x$  pada panjang gelombang 450 nm.

$\rho$  n-heksana = 0,65 g/ mL

Sampel yang digunakan untuk analisa UV-Vis = 9mg/ mL

=13742,8 ppm

$$\text{Konsentrasi } \beta\text{-karoten} = \frac{\text{Absorbansi}}{\text{slope kurva standar}}$$

$$= \frac{0,0179}{0,009}$$

$$= 17,9 \text{ ppm}$$

Berat  $\beta$ -karoten dalam ekstrak

$$= \frac{\text{Berat Ekstrak} \times \text{konsentrasi } \beta - \text{karoten}}{\text{faktor pengenceran}}$$

$$= \frac{1318 \text{ mg} \times 17,9 \text{ ppm}}{13742,8 \text{ ppm}}$$

$$= 0.172 \text{ mg}$$

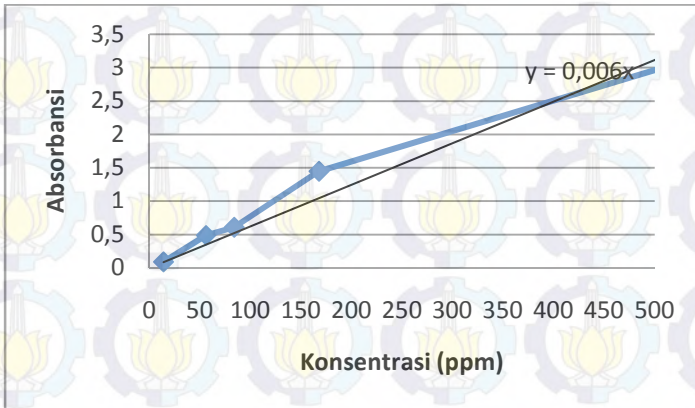
$$\text{Yield } \beta - \text{karoten} = \frac{\text{Berat } \beta - \text{karoten dalam ekstrak}}{\text{Berat Starting Material}}$$

$$= \frac{0.172 \text{ mg}}{\frac{14,5}{1000} \text{ kg}}$$

$$= \frac{14,5}{1000} \text{ kg}$$

$$= 11,84 \text{ mg } \beta\text{-karoten/ kg sampel}$$

### A.1.2.2. PERHITUNGAN YIELD $\alpha$ -TOKOFEROL



Dari kalibrasi konsentrasi  $\alpha$ -tokoferol dengan menghubungkan plot antara absorbansi dengan konsentrasi  $\alpha$ -tokoferol, didapatkan persamaan regresi linier:  $y = 0,006x$  pada panjang gelombang 450 nm.

$\rho$  n-heksana = 0,65 g/ mL

Sampel yang digunakan untuk analisa UV-Vis = 9mg/ mL  
= 13742,8 ppm

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi } \alpha\text{-tokoferol} &= \frac{\text{Absorbansi}}{\text{slope kurva standar}} \\ &= \frac{0,515}{0,006} \\ &= 81,1 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Berat  $\alpha$ -tokoferol dalam ekstrak

$$\begin{aligned} &= \frac{\text{Berat Ekstrak} \times \text{konsentrasi } \beta\text{-karoten}}{\text{faktor pengenceran}} \\ &= \frac{1318 \text{ mg} \times 81,1 \text{ ppm}}{13742,8 \text{ ppm}} \\ &= 0,779 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Yield } \alpha - \text{ tokoferol} &= \frac{\text{Berat } \alpha - \text{ tokoferol dalam ekstrak}}{\text{Berat Starting Material}} \\ &= \frac{0,779 \text{ mg}}{\frac{14,5}{1000} \text{ kg}} \\ &= 53,56 \text{ mg } \alpha\text{-tokoferol/ kg sampel} \end{aligned}$$

## A.2. HASIL PERHITUNGAN

### A. Pengaruh Tekanan terhadap Proses Ekstraksi

$$\begin{aligned} P &= 20 \text{ MPa} \\ T &= 40 \text{ }^{\circ}\text{C} \\ \text{CO}_2 &= 3 \text{ ml} \\ \text{sampel ekstrak} &= 14,5 \text{ g} \\ \rho \text{ CO}_2 &= 1,763 \text{ g/L} \end{aligned}$$

waktu	CO2 (ml)	CO2 (g)	CO2 (g/kg)	acc
30	90	0,158671	10,91197	10,91197
60	180	0,317342	21,82393	32,7359
90	270	0,476013	32,7359	65,4718
120	360	0,634684	43,64786	109,1197
150	450	0,793355	54,55983	163,6795
180	540	0,952025	65,4718	229,1513

akumulasi		
beta	yield	tokoferol
11,841	9,064	53,56
29,078	24,049	135,03
36,309	29,743	158,84
50,289	42,102	197,93
67,18	54,639	236,75
91,811	69,074	275,27

P = 30 MPa

T = 40 C

CO<sub>2</sub> = 3 ml

sampel ekstrak = 19,2 g

ρ CO<sub>2</sub> = 1,763 g/L

waktu	CO <sub>2</sub> (ml)	CO <sub>2</sub> (g)	CO <sub>2</sub> (g/kg)	acc
30	90	0,158671	8,27592	8,27592
60	180	0,317342	16,55184	24,82776
90	270	0,476013	24,82776	49,65552
120	360	0,634684	33,10368	82,7592
150	450	0,793355	41,3796	124,1388
180	540	0,952025	49,65552	173,7943

akumulasi		
beta	yield	tokoferol
43,23	13,973	137,64
64,021	29,339	225,01
88,015	59,157	575,25
111,01	81,491	668,83
127,26	95,767	714,11
142,31	111,49	755,54

P = 40 MPa

T = 40 C

CO<sub>2</sub> = 3 ml

sampel ekstrak = 12,5 g

$\rho$  CO<sub>2</sub> = 1,763 g/L

waktu	CO <sub>2</sub> (ml)	CO <sub>2</sub> (g)	CO <sub>2</sub> (g/kg)	acc
30	90	0,158671	12,69977	12,69977
60	180	0,317342	25,39954	38,0993
90	270	0,476013	38,0993	76,19861
120	360	0,634684	50,79907	126,9977
150	450	0,793355	63,49884	190,4965
180	540	0,952025	76,19861	266,6951

akumulasi		
beta	yield	tokoferol
0	21,442	0
45,604	45,022	276,95
154,81	90,78	942,91
216,56	125,06	1304
236,57	146,97	1395,8
260,17	171,09	1468,8

## B. Pengaruh Temperatur terhadap Proses

### Ekstraksi

P = 20 MPa

T = 40 C

CO<sub>2</sub> = 5 ml

sampel ekstrak = 14,2 g

$\rho$  CO<sub>2</sub> = 1,763 g/L

waktu	CO <sub>2</sub> (ml)	CO <sub>2</sub> (g)	CO <sub>2</sub> (g/kg)	acc
30	150	0,264452	18,67107	18,67107
60	300	0,528903	37,34215	56,01322
90	450	0,793355	56,01322	112,0264
120	600	1,057806	74,6843	186,7107
150	750	1,322258	93,35537	280,0661

180	900	1,586709	112,0264	392,0926
-----	-----	----------	----------	----------

akumulasi		
beta	yield	tokoferol
0	1,3062	0
14,691	7,9075	126,72
19,057	13,648	187,78
60,338	30,013	436,81
83,457	45,32	543,49
149,61	80,014	801,96

P = 20 MPa

T = 60 C

CO<sub>2</sub> = 5 ml

sampel ekstrak = 15,5 g

ρ CO<sub>2</sub> = 1,763 g/L

waktu	CO <sub>2</sub> (ml)	CO <sub>2</sub> (g)	CO <sub>2</sub> (g/kg)	acc
30	150	0,264452	17,04698	17,04698
60	300	0,528903	34,09396	51,14094
90	450	0,793355	51,14094	102,2819
120	600	1,057806	68,18792	170,4698
150	750	1,322258	85,2349	255,7047
180	900	1,586709	102,2819	357,9866



akumulasi		
beta	yield	tokoferol
0	0,6059	0
14,464	8,7217	22,712
29,161	15,219	45,791
51,629	22,781	81,147
56,126	25,488	88,216
115,64	57,577	181,67

P = 20 MPa

T = 80 C

CO<sub>2</sub> = 5 ml

sampel ekstrak = 15,1 g

$\rho$  CO<sub>2</sub> = 1,763 g/L

waktu	CO <sub>2</sub> (ml)	CO <sub>2</sub> (g)	CO <sub>2</sub> (g/kg)	acc
30	150	0,264452	17,48024	17,48024
60	300	0,528903	34,96047	52,44071
90	450	0,793355	52,44071	104,8814
120	600	1,057806	69,92094	174,8024
150	750	1,322258	87,40118	262,2035
180	900	1,586709	104,8814	367,085

akumulasi		
beta	yield	tokoferol
13,594	15,381	21,346
19,251	21,046	30,23
22,238	23,657	34,921
29,236	32,667	46,197
32,816	35,806	51,819
56,794	64,712	90,429

### C. Pengaruh Flow Rate CO<sub>2</sub> terhadap Proses Ekstraksi

P = 20 MPa

T = 40 C

CO<sub>2</sub> = 3 ml

sampel ekstrak = 14,5 g

$\rho$  CO<sub>2</sub> = 1,763 g/L

waktu	akumulasi		
	beta	yield	tokoferol
30	11,841	9,064	53,56
60	29,078	24,049	135,03
90	36,309	29,743	158,84
120	50,289	42,102	197,93
150	67,18	54,639	236,75
180	91,811	69,074	275,27

$P = 20 \text{ MPa}$   
 $T = 40 \text{ C}$   
 $\text{CO}_2 = 4 \text{ ml}$   
 sampel ekstrak = 14,9 g  
 $\rho \text{ CO}_2 = 1,763 \text{ g/L}$

waktu	akumulasi		
	beta	yield	tokoferol
30	0	1,8767	0
60	37,434	20,933	159,67
90	61,933	38,422	252,18
120	88,444	51,351	317,07
150	110,99	66,459	381,72
180	122,98	69,567	469,92

$P = 20 \text{ MPa}$   
 $T = 40 \text{ C}$   
 $\text{CO}_2 = 5 \text{ ml}$   
 sampel ekstrak = 14,2 g  
 $\rho \text{ CO}_2 = 1,763 \text{ g/L}$

waktu	akumulasi		
	beta	yield	tokoferol
30	0	1,3062	0
60	14,691	7,9075	126,72
90	19,057	13,648	187,78

120	60,338	30,013	436,81
150	83,457	45,32	543,49
180	149,61	80,014	801,96

#### D. Pengaruh Flowrate Co-Solvent terhadap Proses Ekstraksi

P = 20 MPa

T = 40 C

CO<sub>2</sub> = 3 ml

sampel ekstrak = 14,5 g

ρ CO<sub>2</sub> = 1,763 g/L

waktu	CO <sub>2</sub> (ml)	CO <sub>2</sub> (g)	CO <sub>2</sub> (g/kg)	acc
30	90	0,158671	10,91197	10,91197
60	180	0,317342	21,82393	32,7359
90	270	0,476013	32,7359	65,4718
120	360	0,634684	43,64786	109,1197
150	450	0,793355	54,55983	163,6795
180	540	0,952025	65,4718	229,1513

akumulasi		
beta	yield	tokoferol
11,841	9,064	53,56
29,078	24,049	135,03
36,309	29,743	158,84

50,289	42,102	197,93
67,18	54,639	236,75
91,811	69,074	275,27

P = 20 MPa

T = 40 C

CO<sub>2</sub> = 3 ml

sampel ekstrak = 12,3 g

ρ CO<sub>2</sub> = 1,763 g/L

Et = 5% mL

waktu	CO <sub>2</sub> (ml)	CO <sub>2</sub> (g)	CO <sub>2</sub> (g/kg)	acc
30	90	0,158671	12,93889	12,93889
60	180	0,317342	25,87778	38,81667
90	270	0,476013	38,81667	77,63334
120	360	0,634684	51,75556	129,3889
150	450	0,793355	64,69445	194,0833
180	540	0,952025	77,63334	271,7167

akumulasi		
beta	yield	tokoferol
109,53	50,362	64,871
324,12	94,332	240,16
395,72	107,13	337,49
434,82	112,54	358,51
724,4	134,63	505,9

1105,3	188,83	638,62
--------	--------	--------

P = 20 MPa  
 T = 40 C  
 CO<sub>2</sub> = 3 ml  
 sampel ekstrak = 11,4 g  
 Et = 8% mL  
 ρ CO<sub>2</sub> = 1,763 g/L

waktu	CO <sub>2</sub> (ml)	CO <sub>2</sub> (g)	CO <sub>2</sub> (g/kg)	acc
30	90	0,158671	13,96898	13,96898
60	180	0,317342	27,93797	41,90695
90	270	0,476013	41,90695	83,81391
120	360	0,634684	55,87594	139,6898
150	450	0,793355	69,84492	209,5348
180	540	0,952025	83,81391	293,3487

akumulasi		
beta	yield	tokoferol
396,1	71,037	742,54
741,94	129,54	935,78
816,78	169,8	2115,5
1085,7	197,17	2188,3
1085,7	197,17	2188,3
1157,6	231,19	2203,1



*Halaman ini sengaja dikosongkan*

## RIWAYAT PENULIS



**Denny Rino Aszari** lahir di Gresik, 1 Desember 1990. Penulis menempuh pendidikan formal di SD Sidokumpul 2 Gresik Tahun 1997 – 2003, melanjutkan di SLTPN 2 Gresik Tahun 2003 – 2006, dan SMAN 1 Kebomas Tahun 2006 – 2009. Penulis menempuh kuliah di Politeknik Negeri Malang pada Program Studi Diploma Tiga Teknik Kimia tahun 2009 – 2012 kemudian melanjutkan pendidikan program Lintas Jalur S1 di Institut

Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya Jurusan Teknik Kimia Tahun 2012-2015. Penulis pernah menempuh kerja praktek di PT. Petrokimia Gresik pada tahun 2009 dan tahun 2014. Di akhir masa studi, penulis memilih Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran untuk pengerjaan Tugas Akhir. Kami di bawah bimbingan Prof. Dr.Ir. Sugeng Winardi, M.Eng dan Dr. Siti Machmudah, ST., M.Eng. Penulis berhasil menyelesaikan tugas akhir Pra Desain Pabrik *Crude Palm Oil (CPO)* dan *Palm Kernel Oil (PKO)* dari Buah Kelapa Sawit dan penulisan buku skripsi ini.

### DATA PRIBADI

Nama : Denny Rino Aszari  
Alamat : Jl. Kapten Dulasim 2A no. 1 Gresik, Jawa Timur  
No. Telepon : 085784219008  
E-mail : [denny.aszari@yahoo.com](mailto:denny.aszari@yahoo.com)



## RIWAYAT PENULIS



**Karina Alfionita P.P.**, lahir di Mojokerto pada tanggal 03 Juli 1992. Penulis merupakan anak pertama dari satu bersaudara dengan riwayat pendidikan SDN Purwantoro I Malanh, SMPN 3 Malang, SMAN 2 Malang, D3 Teknik Kimia Politeknik Negeri Malang, kemudian melanjutkan studi di S1 Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Jurusan Teknik Kimia. Penulis pernah Kerja Praktik di PT Pertamina (Persero) Unit Pengolahan IV Cilacap dan PT Petrokimia Gresik Adapun

organisasi yang pernah diikuti semasa menjadi mahasiswa yaitu, Himpunan Mahasiswa Teknik Kimia Politeknik Negeri Malang Penulis memilih Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran dan melakukan penelitian Tugas Akhir dengan judul “**Ekstraksi Senyawa Fitokimia dari Ampas Kelapa Sawit dengan Menggunakan Karbondioksida (CO<sub>2</sub>) Superkritis**”.

### Data Pribadi Penulis

Nama	: Karina Alfionita Perdana Putri
Tempat Tanggal lahir	: Mojokerto, 03 Juli 1992
Alamat	: Perumahan Gadang Cahaya Raya C14 Malang
Telp	: 082139196215
Email	: karina.alfionita@gmail.com