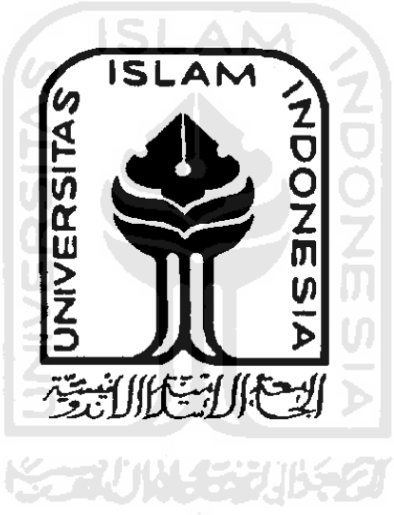
Isolasi dan Identifikasi Komponen-Komponen Penyusun Minyak Atsiri Buah Pala (*Myristica fragrans houtt*)

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Ilmu Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Jogjakarta



Disusun oleh:

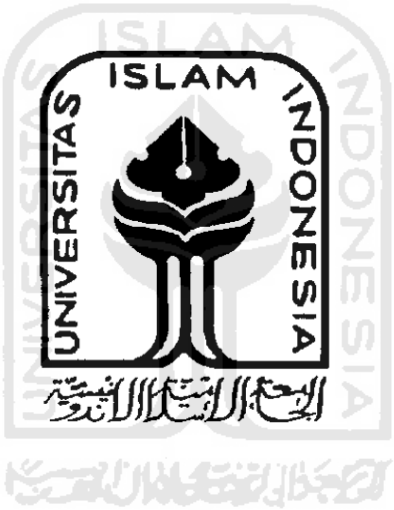
Dini Hadiarti
No Mhs : 03612025

JURUSAN ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA
2007

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN-KOMPONEN PENYUSUN MINYAK ATSIRI BUAH PALA (*Myristica fragrans houtt*)

SKRIPSI

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Ilmu Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jogjakarta



Disusun oleh:

Dini Hadiarti
No Mhs : 03612025

JURUSAN ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA
2007

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN-KOMPONEN PENYUSUN MINYAK ATSIRI BUAH PALA (*Myristica fragrans houtt*)

Oleh :

DINI HADIARTI
No Mhs : 03612025

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jogjakarta

Tanggal : 27 Desember 2007

Dewan penguji	Tanda tangan
1. Riyanto, M.Si	.....
2. Pedy Artsanti, S.Si, M.Sc	.....
3. Prof. Dr. Hardjono Sastrohamidjojo	……...
4. Dwiarso Rubiyanto, M.Si	.....

Mengetahui,
Deakan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

(Akhmad Fauzi, S.Si., M.Si., P.hD.)

Karya kecil ini teruntuk bunga-bunga edelwis

Yang selalu tersenyum di hatiku, thak's a lot

Akhirnya semua akan tiba pada suatu hari yang biasa
Pada suatu ketika yang kita nantikan
Kesadaran bahwa ku hanya debu tanpa kasih-Mu
Kesadaran bahwa ku hanya jahiliyah tanpa cahaya wahyu-Mu

Untuk mama Hapipah dan bapak Syamsudin:

Kata terimakasih tidak akan mampu menggantikan semua yang telah diberikan, kasih sayang, tetesan keringat dan air mata. Maaf bila mungkin saya tidak bisa menjadi the best, tapi saya akan selalu berusaha untuk menjadi yang terbaik menurut saya dan rahmatanlilalamin buat semua orang.

Untuk adek Elly:

Kalau engkau tak dapat menjadi semak, jadilah segerombol rumput
Dan menjadikan jalan raya lebih meriah
Kalau tak mampu menjadi ikan besar jadilah ikan kecil
Tetapi ikan kecil yang paling bergairah di danau

Untuk my soulmate:

Ada tiga golongan orang, yang pertama orang yang punya mimpi tapi melupakan mimpi itu. Kedua orang yang menanti mimpi itu untuk datang pada dirinya dan yang ketiga orang yang berusaha mengejar mimpinya lalu mewujudkanya. Saya memilih untuk jadi golongan ketiga dan kamu adalah

salah satu dari banyak mimpi saya. Kita mungkin hanya sebentar untuk bersua tapi kamu telah menjadi cerminan, spirit, dan obsesi dalam hidup saya.

Untuk close friend: via-san, kiki, idha, and nisol

Ingatkah kau diwaktu kita bergandengan tangan
Menelusuri sepanjang jalan impian
Merajut benang-benang cita dan cinta
Mengisi tabung-tabung dengan secercah harapan
Mungkin aku bukan laut biru Yang dengan pesonanya menghanyutkanmu
Tapi aku ingin menyayangi mu
Seperti bara yang menjadikannya abu
Seperti awan yang menjadikannya hujan
Seperti bayang mu yang selalu mengikutimu
Aku cuma bermimpi satu hal
Kita menjadi satu, kau adalah aku dan aku adalah kau

Untuk teman-teman kimia angkatan 2003

Terasa pendeknya waktu memandang sejarah
Tetapi terasa panjang kaena perjuangan memenuhi hasrat akan ilmu
Tomorrow is another day, the day of struggle for a better life

Untuk anak-anak kos cemara: rovi, mb mita, novi, anggit, sari, sevi, nuning, sinta and winda

Langit bertaburkan kejora
Semilir angin bertiup sepoi
Nyanyian air mengalun merdu

Dan takbir membahana di penjuru bumi

Indahnya air yang mengalir memberikan keteduhan bagi yang mendengarnya

Indahnya qalam hati yang senantiasa menaungi kalbu suci

bagai matahari menyinari bumi

Semua yang telah terjadi takkan kembali

Penyesalan hanya tinggal penyesalan

Sebab tiada akan seperti yang lalu

Untuk keluarga besar HmI UII:

dian, misni, relito, astri, erly, gian, lubis, hendro, guntet, juli, pur, jo, emon, jati, wawan, sarif, anggi, aby,abang-abang dan lainnya.

Hidup adalah perjuangan,berhembus seperti berhembus angin.

Di laut sana angin tengah menggulung ombak.

Di gunung ia bergerak gemerisik ranting pepohonan.

Alam semesta masih bertasbih mengagungkan nama-Nya.

Malam dan siang berganti berlalu.Gerhana kesunyian,tiada kesudahan.

Detik masa berganti tiada berhenti.Pengetahuan justru menghambat.

Ketidaktahuan justru membebaskan.

Tahu kapan untuk tidah tahu,sama sepertinya seperti pedang tajam.

Tapi mengetahui masa depan dan mengetahui masa lampau adalah dua hal yang bermakna sama.Apa bedanya mengetahui hal yang tak terelakkan dengan mengetahui apa yang telah terjadi.

Hingga seorang hamba ber do'a "Tuhan berikanlah aku kekuatan untuk menerima yang tidak bisa diubah dan berikanlah aku kekuatan untuk mengubah apa yang bisa diubah.Serta berikanlah aku kekuatan untuk membedahan keduanya".

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَٰنِ الرَّحِيمِ

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Alhamdulillahi rabbil 'alamin. Puji dan syukur penyusun haturkan kehadirat Allah SWT atas karunia-Nya hingga penyusun dapat menyelesaikan tugas akhir "**ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN-KOMPONEN PENYUSUN MINYAK ATSIRI BUAH PALA (*Myristica fragrans houtt*)** "ini.

Sesuai dengan kurikulum dan persyaratan akademis, untuk memenuhi salah satu satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains program strata satu (S1) pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Jurusan Ilmu Kimia, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta, maka setiap mahasiswa diwajibkan membuat tugas akhir.

Selama membuat tugas akhir ini, penyusun telah banyak mendapat bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak, untuk itu dalam kesempatan ini penyusun menyampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Akhmad Fauzi, S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta.
2. Bapak Rudy Syahputra M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta.
3. Bapak Prof. DR. Hardjono Saatrohamidjojo, selaku Dosen Pembimbing I Tugas akhir yang telah memberikan bimbingan dengan penuh sehingga

penelitian ini dapat terselesaikan dengan baik dan skripsi ini dapat tersusun dengan baik.

4. Bapak Dwiarso Rubiyanto M.Si, selaku Dosen Pembimbing II Tugas Akhir yang telah meluangkan waktu dan pikirannya dalam membantu penelitian dan membimbing penulis dalam penyusunan skripsi ini.
5. Bapak Riyanto M.Si, selaku Dosen Penguji I Tugas Akhir.
6. Pedy Artsanti, S.Si, M.Sc, selaku Dosen Penguji II Tugas Akhir.
7. Para Dosen, khususnya di jurusan Ilmu Kimia FMIPA UII yang dengan ikhlas telah mentrasnfer ilmu dan pengalamannya demi kepentingan pendidikan.
8. Kedua orang tua, yang selalu memberikan dukungan.

Penyusun menyadari bahwa tugas akhir ini masih banyak kekurangannya. Oleh karena itu, penyusun mengharapkan saran dan kritik yang bersifat membangun demi perbaikan tugas akhir ini.

Wassalaamu'alaikum Wr. Wb.

Jogjakarta, September 2007

Penyusun

DAFTAR ISI

Halaman Judul i

Halaman Pengesahan..... ii

Halaman Persembahan iii

Kata Pengantar vi

Daftar Isi viii

Daftar Tabel xi

Daftar Gambar..... xii

Daftar Lampiran..... xiii

Intisari..... xiv

Abstract..... xv

Bab I Pendahuluan

1.1 Latar Belakang..... 1

1.2 Perumusan Masalah 3

1.3 Tujuan Penelitian 3

1.4 Mamfaat Penelitian 3

Bab II Tinjauan Pustaka

2.1 Buah Pala..... 4

2.2 Minyak Pala..... 6

2.3 Miristisin..... 9

2.3 Sabinen 10

2.3 Pinen 10

2.3 Limonen..... 11

Bab III Dasar Teori

3.1 Distilasi Air..... 14

3.2 Distilasi Fraksinasi..... 16

3.3 Kromatografi Gas 17

3.4 Spektroskopi Massa..... 20

Bab IV Metodelogi Penelitian

4.1 Bahan dan Alat

4.1.1 Bahan yang digunakan 21

4.1.2 Alat yang digunakan. 21

4.2 Cara Kerja

4.2.1 Penyulingan Minyak Pala..... ... .22

4.2.2 Identifikasi Minyak Pala..... ... .22

4.2.3 Isolasi Komponen-komponen Utama Minyak Atsiri Pala 23

4.2.4 Uji Sifat Fisika

4.2.4.1 Bobot Jenis 23

4.2.4.2 Kelarutan dalam Alkohol 23

4.2.4.3 Putaran Optik 24

4.2.5 Uji Sifat Kimia

4.2.5.1 Penetapan Asam 25

4.2.5.2 Penetapan Bilangan Penyabunan.....25

Bab V Hasil dan Pembahasan

5.1. Penyulingan Minyak Pala..... ... .27

5.2. Identifikasi Minyak Pala..... ... .27

5.3. Isolasi Komponen-komponen Utama Minyak Atsiri Pala 33

5.4. Uji Sifat Fisika

5.4.4. Bobot Jenis 36

5.4.2. Kelarutan dalam Alkohol 37

5.4.3. Putaran Optik.. 38

5.5. Uji Sifat Kimia

5.5.1. Penetapan Asam 39

5.5.2. Penetapan Bilangan Penyabunan.....40

Bab VI Kesimpulan dan Saran

3.1 Kesimpulan..... 42

3.2 Saran..... 43

Daftar Pustaka 44

Lampiran 46

DAFTAR TABEL

Tabel.1 Persentase komponen minyak atsiri pala…….....13

Tabel 2.Hasil distilasi minyak pala 33

Tabel 3. Kelarutan dalam asam..... 38

Tabel 4. Putaran optik..... 39

Tabel 5. Penetapan asam..... 39

Tabel 6. Bilangan penyabunan..... 40

Tabel 7. Perbandingan sifat kimia dan fisika standar nassional Indonesia SNI dengan hasil penelitian..... ... .41

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Buah Pala 4

Gambar 2. Struktur Miristisin..... 9

Gambar 3. Struktur Sabinen..... 10

Gambar 4. Struktur Alfa-pinen 10

Gambar 5. Struktur Betha-pinen.... 10

Gambar 6. Struktur Limonen 11

Gambar 7. Kromatogram minyak pala..... ... .28

Gambar 8. Spektra MS Sabinen..... 29

Gambar 9. Spektra MS Alfa-pinen 30

Gambar 10. Spektra MS Beta-pinen 31

Gambar 11. Spektra MS Miristisin 31

Gambar 12. Spektra MS Limonen 33

Gambar 13. Kromatogram hasil distilasi fraksinasi fraksi 1.....34

Gambar 14. Kromatogram hasil distilasi fraksinasi fraksi 2.....35

Gambar 15. Kromatogram hasil distilasi fraksinasi fraksi 3.....35

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Skema Kerja Penelitian 47

Lampiran 2 Gambar Instrumen GC-MS dan GC 48

Lampiran 3 Perhitungan Bobot Jenis Minyak Pala.....49

Lampiran 4 Perhitungan Kadar Minyak Pala ... .50

Lampiran 5 Perhitungan Bilangan Asam Minyak Pala.....51

Lampiran 6 Perhitungan Bilangan Penyabunan Minyak Pala.....52

Lampiran 7 Kromatogram Minyak Pala 53

Lampiran 8 Spektra MS Alfa-pinen..... ... .54

Lampiran 9 Spekta MS Sabinen..... 55

Lampiran 10 Spektra MS Bata-pinen 56

Lampiran 11 Spektra MS Limonen 57

Lampiran 12 Spektra MS Miristisin 58

Lampiran 13 Kromatogram hasil Distilasi Fraksinasi Fraksi 1 59

Lampiran 14 Kromatogram hasil Distilasi Fraksinasi Fraksi 2 60

Lampiran 15 Kromatogram hasil Distilasi Fraksinasi Fraksi 3 61

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN-KOMPONEN PENYUSUN MINYAK ATSIRI BUAH PALA (*Myristica fragrans houtt*)

INTISARI

Dini Hadiarti
No Mhs : 03612025

Telah dilakukan penelitian tentang identifikasi dan isolasi komponen-komponen penyusun minyak atsiri buah pala (*Myristica fragrans houtt*), serta penentuan sifat kimia dan fisikanya.

Minyak atsiri pala didapatkan dengan cara distilasi air. Selanjutnya dilakukan identifikasi komponen-komponen penyusunnya menggunakan instrumen KG-SM, dan isolasi terhadap komponen-komponen tersebut menggunakan distilasi fraksinasi vakum. Kemudian minyak atsiri pala diuji sifat fisika dan kimianya, meliputi: bobot jenis, kelarutan dalam alkohol, putaran optik, penetapan asam, dan penetapan bilangan penyabunan.

Hasil penelitian menunjukkan minyak atsiri pala hasil distilasi mempunyai kadar 7,53% dengan lima komponen utama, yaitu: sabinen 26,13 %, alfa-pinen 18,10 %, beta-pinen17,65 %, miristisin 9,76 %, dan limonen 6,76 %. Minyak atsiri pala mempunyai penampilan, warna, bau: kuning pucat, memiliki rasa dan bau khas pala, berat jenis 25^{o}C: 0,897, putaran optik: 29,7^{o}-29,8^{o}, kelarutan dalam alkohol 96%: larut dalam 1, 43 volume, kelarutan dalam alkohol 95%: larut dalam 2 volume, bilangan asam : 2,07, dan bilangan penyabunan : 38,84.

Kata kunci: pala (myristica fragrans houtt), KG-SM, sifat fisika ,sifat kimia.

ISOLATION AND IDENTIFICATION COMPONENTS COMPILER OF NUTMEG (*Myristica fragrans houtt*) ESSENTIAL OIL

ABSTRACT

Dini Hadiarti
St No: 03612025

Reseach about identification and components compiler isolation of nutmeg (Myristica fragrans houtt) essential oil, and also the chemical and physical properties has been conducted.

Nutmeg essential oil is got by using water distilation. Hareinafter, identification components compiler is using GC-MS, and isolation to the applies components by using vaccum of fraksination destilation. The chemical and physical properties of oil i.e. density, optic rotation, alcohol condensation, saponification, and acid numberd.

Result of the reseach shows 7,53 % of the destilated nutmeg essential oil of result incluiding five main components, thyare : 26,13 % sabine, 18,10 % alfa-pinene, 17,65 % beta-pinene, 9,76 % myristicin and 6,76 % limonene. The nutmeg essential oil perpormes its appearance colour ordor pale yellow, taste and ordor thypical of nutmeg , 0,897 density, 29,7^{o}-29,8^{o} optic rotation, 96 % alcohol condensation in 1,43 volume disolved, 95 % alcohol condensation in 2 volume disolved, 2,07 acid numberd and 38,84 saponification numberd.

Keyword: nutmeg (myristica fragrans houtt), GC-MS, physical properties, chemistry properties.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Menurut Lutony dan Rahmayati (2002), Indonesia sangat kaya dengan minyak atsiri yang diperoleh dari tanaman-tanaman Indonesia. Sampai saat ini industri minyak atsiri Indonesia sebagian besar masih merupakan industri hulu yang baru mampu menyediakan bahan baku yang langsung diekspor. Perdagangan dunia kini berkembang ke arah sintesis turunan atsiri untuk penggunaan yang lebih spesifik dan bernilai ekonomi sangat tinggi.

Sekitar tujuh puluh minyak atsiri yang selama ini diperdagangkan di pasar dunia, ternyata empat puluh jenis diantaranya dapat diproduksi oleh Indonesia. Namun kenyatannya, sampai dengan tahun 1993 barulah tecatat sekitar empat belas minyak atsiri produksi Indonesia yang cukup nyata peranannya sebagai komoditas ekspor. Hal ini tentunya merupakan tantangan karena potensi Indonesia untuk mengembangkan minyak atsiri sebenarnya cukup luar biasa. Peluang pemasaran minyak atsiri juga tidak hanya terbuka untuk pasar luar negeri, melainkan sangat dibutuhkan di dalam negeri.

Salah satu jenis rempah-rempah yang sangat terkenal adalah pala (*Myristica fragrans Houtt*). Di Eropa, pala digunakan sebagai minuman penghangat badan. Minuman ini diminum ketika musim dingin tiba. Karena itulah negara-negara Eropa dulu berebut untuk dapat menguasai pala dan rempah-rempah lain dari Indonesia.

Selain digunakan untuk membuat minuman dan bumbu masak, pala juga berkhasiat untuk menyembuhkan berbagai penyakit seperti: disentri, maag, menceret, menghentikan muntah, mual, mulas, perut kembung, sulit tidur pada anak-anak, rematik, dan suara parau (obat luar). Bagian tanaman yang dapat dimanfaatkan untuk obat adalah buah dan bijinya. Sedangkan daging buahnya yang tebal sering dimanfaatkan untuk membuat manisan.

Lutony dan Rahmayati (2002) menyebutkan, pada buah, biji, daun dan kulit batang pala terdapat minyak yang mudah menguap. Buah, biji dan daun juga mengandung saponin, polifenol dan flavonoid. Buah pala, terutama bijinya, mengandung senyawa miristisin. Senyawa ini dapat memabukkan jika dikonsumsi berlebihan.

Tidak banyak orang yang mengetahui kegunaan pala selain sebagai bumbu masakan, sehingga perlu dilakukan identifikasi minyak atsiri pada buah pala. Agar dapat digunakan secara lebih spesifik dan mempunyai nilai ekonomi yang tinggi dilakukan sintesa terhadap senyawa turunan-turunannya.

Biji pala yang didapat dari pasaran didistilasi air untuk mendapatkan minyak atsiri pala. Kemudian dianalisis dengan *GC-MS* untuk mengetahui kandungan minyak atsiri yang terdapat didalamnya. Selanjutnya dilakukan pengujian sifat fisika dan kimia minyak atsiri pala. Pada penelitian ini yang akan diisolasi adalah komponen-komponen penyusunnya, yang telah diisolasi menggunakan destilasi fraksinasi vakum. Setelah itu masing-masing fraksi dianalisis dengan kromatografi gas.

1.2 Perumusan Masalah

1. Komponen minyak atsiri apa yang terdapat pada buah pala?
2. Apakah sifat fisika dan kimia minyak atsiri pala sudah memenuhi standar?
3. Bagaimana cara mengisolasi komponen-komponen penyusun dari minyak atsiri pala?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Melakukan identifikasi komponen minyak atsiri yang terdapat pada buah pala.
2. Mengetahui kualitas minyak atsiri pala.
3. Isolasi komponen-komponen penyusun dari minyak atsiri pala.

1.4 Manfaat Penelitian

1. Agar minyak atsiri yang terdapat di dalam biji buah pala dapat digunakan secara lebih spesifik.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Buah Pala

Ditinjau dari aspek botani menurut Anonim dalam Wikipedia (2006), buah pala termasuk kedalam:

Kerajaan : *Plantae*

Devisi : *Magnoliaphyta*

Kelas : *Magnoliopsida*

Ordo : *Magnoliales*

Suku : *Myristicaceae*

Marga : *Myristica*

Spesies : *M. Fragrans*



Gambar 1. Buah Pala

Menurut Sunanto (1993), pala (*Myristica fragrans houtt*) merupakan tumbuhan berupa pohon yang berasal dari kepulauan Banda, Maluku. Akibat nilainya yang tinggi sebagai rempah-rempah, buah dan biji pala telah menjadi komoditas perdagangan yang penting sejak masa lampau dan telah tersebar luas di daerah tropik lain seperti Mauritius dan Karibia (Pulau Grenada). Istilah pala juga dipakai untuk biji pala yang diperdagangkan.

Pohon pala dapat memiliki tinggi lebih kurang 10 meter dan usianya dapat mencapai ratusan tahun, batang tegak, berkayu, warna putih kotor. Tumbuhan ini berumah dua (*dioecious*) sehingga dikenal pohon jantan dan pohon betina. Daunnya berbentuk daun tunggal, lonjong, ujung dan pangkal runcing, warna hijau mengkilat. Perbungaan berbentuk malai, keluar dari ketiak daun. Buahnya berbentuk lonjong seperti lemon, berwarna kuning, berdaging dan beraroma khas karena mengandung minyak atsiri pada daging buahnya. Bila masak, kulit dan daging buah membuka dan biji akan terlihat terbungkus fuli yang berwarna merah. Satu buah menghasilkan satu biji berwarna coklat.

Biji dan pembungkus biji pala (*aril*) (dalam perdagangan disebut fuli, atau dalam bahasa Inggris disebut *mace*). Panen pertama dilakukan 7 sampai 9 tahun setelah pohonnya ditanam dan mencapai kemampuan produksi maksimum setelah 25 tahun. Sebelum dipasarkan, biji dijemur hingga kering setelah dipisah dari fulinya. Pengeringan ini memakan waktu enam sampai delapan minggu. Bagian dalam biji akan menyusut dalam proses ini dan akan terdengar bila biji digoyangkan. Cangkang biji akan pecah dan bagian dalam biji dijual sebagai pala.

Buah pala mengandung zat-zat : minyak terbang (miristisin, pinen, kamfen (zat membius), dipenten, pinen safrol, eugenol, iso-eugenol, gliserida (asam-miristinat, asam-oleat, borneol, giraniol), protein, lemak, pati gula, vitamin A, B1 dan C. Minyak tetap mengandung trimyristin. Komposisi arilus: minyak atsiri, minyak lemak, zat samak, dan zat pati. Biji mengandung minyak atsiri 7-14%, minyak lemak, saponin, miristisin, elemisi, enzim lipase, pektin, hars, zat samak, lemonen, dan asam oleanolat. Bubuk pala dipakai sebagai penyedap untuk roti atau kue, puding, saus, sayuran, dan minuman penyegar. Minyaknya juga dipakai sebagai campuran parfum atau sabun.

2.2 Minyak Pala

Menurut Lutony dan Rahmayati (2002), di dalam buah pala antara lain terdapat biji pala (*nutmeg)* dan pembungkus biji (fuli atau *mace*). Umumnya setelah dikeringkan, kedua hasil itu diekspor langsung. Di negara perantara atau pemakai, biji serta fuli yang utuh dan berukuran besar biasanya langsung digunakan sebagai bahan rempah-rempah. Biji dan fuli yang berukuran kecil dan cacat dijadikan serbuk untuk disuling, dikempa, atau dijadikan oleoresin.

Minyak pala merupakan cairan jernih (hampir tidak berwarna) sampai kuning muda. Sifat-sifat minyak dari biji ternyata tidak berbeda dengan minyak dari fuli pala. Bahkan, kebanyakan minyak pala dihasilkan dari campuran fuli dan biji pala. Minyak pala jika dibiarkan di udara terbuka akan berubah menjadi kental karena terjadi peristiwa polimerisasi dan berbau terpin atau berbau campuran yang tidak sedap.

Kecuali disuling, serbuk biji dan fuli pala dapat dikempa menggunakan alat kempa tekanan udara panas. Cara ini menghasilkan *nutmeg concrete* (cair pada suhu 45^{o}C). Pekatan ini mengandung minyak terbang sekitar 12%, damar, dan juga gliseril miristisin. Dalam industri wewangian, biasanya minyak pala dicampur dengan air lavender untuk menghasilkan aroma yang harum dan lembut serta sulit ditiru dengan memakai bahan lain.

Sejak tahun 1960-an, negara-negara yang maju menghasilkan *mace-oleoresin* dan *nutgmeg oleoresin*. Kedua oleoresin ini mempunyai pasaran yang luas dalam industri makan, seperti : daging , kue, acar, sampai ke saos tomat. Kedua oleoresin ini lebih digemari dari pada *nugmeg concrete* karena bentuknya cair meskipun subtituennya kental.

Mace oleoresin dan *nutmeg oleoresin* dapat digunakan secara terpisah atau saling melengkapi. *Mace oleoresin* membawa rasa hangat serta pedas dari pala, tetapi kurang mengandung aroma. Sementara *nutmeg oleoresin* mengandung aroma pala, tetapi kurang memiliki rasa. Rendemen untuk *mace oleoresin* berkisar berkisar antara 30-35%, dan *nutmeg oleoresin* sekitar 35-40%. Produsen dan sekaligus pengekspor kedua oleoresin terbesar adalah Inggris dan Amerika Serikat.

Nutmeg oil yaitu minyak hasil sulingan serbuk biji pala, sedangkan penyulingan fuli menghasilkan *mace oil*. Di dalam dunia perdaganggan, kedua jenis minyak ini tidak dibedakan karena terdapat kesamaan unsur-unsur penyusun yang dikandungnya. Rendemen *nutmeg oil* dan *mace oil* sekitar 7-15%, antara lain

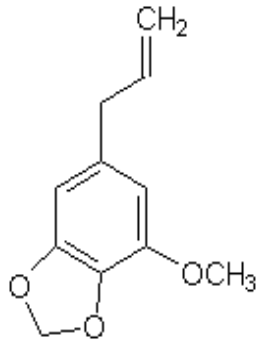
mengandung unsur-unsur: eugenol, iso-eugenol, terpineol, barneol, linalol, geraneol, safrole, terpen, aldehide, dan unsur lain yang berupa cairan bebas.

Patokan *mace oil* yang ditetapkan oleh Derektorat Jendral Industri Kecil (1983) berdasarkan *Essential Oil Assocation* (1975) sebagai berikut:

a. Penampilan, warna, bau: cairan bening atau kuning pucat, memiliki rasa dan bau khas pala.
b. Berat jenis, 25^{o}C: 0,880-0,930.
c. Putaran optik: 2^{o}-30^{o}.
d. Indeks refraksi, 25^{o}C: 1.4740-1.4880.
e. Kelarutan dalam alkohol 80%: larut dalam 3 volume.

Kandungan minyak atsiri pala sekitar 5-15% meliputi: binen, sabinen, phellandren, kanfen, miristisin, elemisin, isoelemisin, eguenol, isoeugenol, metoksieugenol, safrol, dimerik polipropanoat, neolignan, dan borneol. Eugenol merupakan komponen utama yang bersifat menghambat peroksidasi lemak dan meningkatkan aktivitas enzim seperti dismutase superoksidase, katalase, glutation peroksidase, glutamin transferase, dan glukose-6-fosfat dehidrogenase. Ekstrak kloroform pala juga mempunyai aktivitas antidiare dengan meningkatkan kandungan ion-ion Na dan Cl dalam jaringan, sedangkan ekstrak petroleum eter buah pala mempunyai aktivitas antibakteri terhadap beberapa spesies *Shigela* dan *E. coli*.

2.3 Miristisin

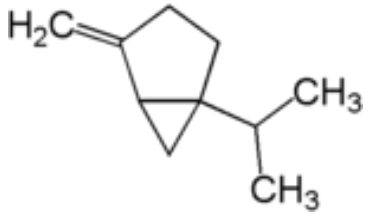


Gambar 2. Struktur Miristisin

Menurut Anonim dalam Wikipedia (2007), miristisin mempunyai sinonim: miristisin, 1-alil-3-metoksi-4,5-metilendioksi-benzol, 4-alil-6-metoksi-1,2-metilendioksibenzol, 6-alil-4-metoksi-1,3-benzodioksol, metoksisafrol; Inggris.: *myristicin*, *4-methoxy-6-(2-propenyl)-1,3-benzodioxole*. Kelarutan: tidak dapat larut di dalam air; dapat larut di dalam benzen dan dietil eter, sedikit dapat larut di dalam etanol.

Rumus molekul miristisin ialah $C_{11}H_{12}O_3$. Zat ini merupakan senyawa tidak berwarna, terang, mudah menguap dengan bau aromatik yang kurang tajam, tidak membeku pada suhu rendah dan dapat diperoleh dengan cara distilasi vakum (Shulgin, 1966). Miristisin terdapat dalam minyak pala dan minyak fulinya. Minyak fuli mengandung lebih banyak senyawa miristisin daripada minyak biji pala (Raphael, 1988). Tingkat konsumsi yang tinggi terhadap biji, fuli, dan daging buah pala perlu diwaspadai karena konsumsi pala sebanyak 8 gram dapat menyebabkan kematian terutama akibat senyawa miristisin (Flach dan Willink, 1966).

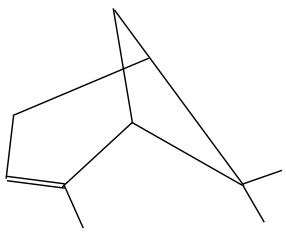
2.4 Sabinen



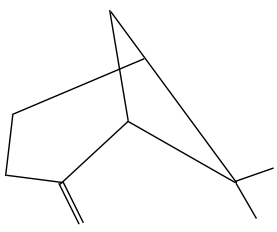
Gambar 3. Struktur Sabinen

Sabinen dengan berat molekul 136,23 gram/mol, mempunyai nama lain 4-metilen-1-(1-metiletil)-biklo[3.1.0]heksan. Sabinen mempunyai titik didih 163-164 °C. Seperti yang disebutkan oleh Anonim dalam Wikipedia (2007), sabinen adalah suatu monoterpen yang biklik alami. Terisolasi dari kotoran minyak dari *Quercus* tumbuhan untuk pohon natal dan *Picea abies*. Sabinen adalah salah satu dari campuran kimiawi yang berperan untuk kepedesan dari lada hitam dan suatu unsur yang utama minyak wortel. Sabinen juga terdapat dalam minyak teh pada suatu konsentrasi yang rendah.

2.5 Pinen



Gambar. 4 Struktur Alfa-pinen



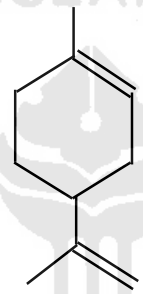
Gambar. 5 Sruktur Beta-pinen

Alfa-pinen memiliki nama lain yaitu 2,6,6-trimetilbiklo(3.1.1)-2-hept-2-ene, dan 2-pinen. Alfa-pinen memiliki titik didih 156 ^{o}C. Sedangkan beta-pinen

memiliki sinonim 2(10)-pinen, nopinen, dan pseudopinen.Beta-pinen memiliki titik didih lebih besar dari alpha-pinen yaitu 167 ^{o}C. Bobot molekul dari alfa-pinen dan betha-pinen sama dengan rumus molekul $C_{10}H_{16}$.

Pinen menurut Anonim dalam Wikimedia (2007) adalah suatu campuran yang organik dari kelas terpen, salah satu dari dua isometri dari pinen. Ditemukan di minyak dari banyak jenis pohon yang berdaun jarum, seperti cemara.

2.6 Limonen



Gambar. 6 Struktur Limonen

Limonen menurut Anonim dalam Wikipedia (2007) mempunyai sinonim: 1-metil-4-(1-metiletil)sikloheksen, p-menta-1,8-dien, cinen, 4-isopropenil-1-metil-1-sikloheksen, menthadien, dan dipenten. Limonen memiliki rumus molekul $C_{10}H_{16}$ dan titik didih 176 ^{o}C.

Limonen adalah suatu hidrokarbon dan termasuk ke dalam kelas terpen. Merupakan suatu cairan yang tidak berwarna atau pucat pada suhu kamar dengan bau yang sangat kuat yaitu jeruk. Mengambil namanya dari jeruk seperti kulit dari jeruk, buah-buahan pohon jeruk atau buah sitrus yang lain. Limonen adalah memiliki suatu molekul kiral. Limonen adalah suatu terpen yang relatif stabil,

yang dapat disaring tanpa pembusukan, meskipun demikian akan membentuk isopren ketika dibiarkan terkena sinar lampu pijar dengan kawat logam yang panas. Selain itu juga mudah teroksidasi di dalam air yang lembab ke karveol dan karvon.

Sulaswaty (2001), di pusat penelitian kimia LIPI, melakukan ekstraksi minyak biji pala dengan sistem distilasi uap skala 50-100 L, dilakukan bekerjasama dengan instansi dan industri kecil terkait. Rendemen minyak pala Bogor diperoleh sebesar 12,08%. Modifikasi dan pengembangan sistem unit aliran ekstrak minyak dan uap air serta jaket isolasi ketel dalam proses distilasi uap skala 100 L menghasilkan minyak pala dari bahan baku biji pala Sukabumi sebanyak 14,9%. Sedangkan skala 1500-2000 L ketel diperoleh hasil sebesar 14,5% untuk pala jawa. Sifat fisika kimia dari minyak pala sesuai dengan SNI (Standar Nasional Indonesia). Fraksionasi minyak pala dilakukan menggunakan teknik distilasi fraksinasi, dimana setiap fraksi minyak memperlihatkan sifat fisik kimia yang berbeda dimana distilat mempunyai berat jenis dan viskositas (0,8971 g/ml, 1.07cp) yang lebih rendah dari pada residu (1,07 g/ml; 3,1 - 3,9 cp). Warna distilat sangat bening dan residu lebih memperhatikan fraksinasi pada kondisi proses perbandingan refluks 10:5 berhasil memisahkan komponen-komponen utama dalam fraksi ringan (distilat): α-pinen: 15,69%, β-pinen: 42,89%, sedangkan dalam fraksi berat (residu): terpineol: 22% dan miristisin: 27,43% dan dari bahan baku minyak pala dengan kandungan α -pinen: 12,66%, β -pinen: 26,7% terpineol: 7,56% dan miristisin 12,55%.

Subaddarage .J dkk (1984), melakukan uji terhadap kira-kira 80 sampel minyak atsiri pala Sri Langka (diproduksi industri dan destilasi laboratorium) diuji kerapatan nisbi, putar optis dan indeks-refraksi dan juga yang diteliti oleh kromatografi gas. Hasil studi pada sampel yang diproduksi sebagai berikut: kerapatan nisbi (30°/30°C). 0.8690±0.0085; putar optis (30°C), 31.7±2.7°; indeks-refraksi (30°C). 1.4726±0.0024; sabinen 38.9±12.7%; miristisin 2.3% dan elemisin 1.2%. Atas dasar studi ini maka nampak seperti suatu kasus kuat untuk meninjau ulang standar di Sri Lanka untuk minyak atsiri pala, yang mana saat ini mempunyai spesifikasi serupa dengan Timur Indies minyak.

Selain itu juga dilakukan analisis kandungan minyak atsiri pala dari Indonesia oleh perusahaan Oshun Supply Inc., dengan menggunakan kromatografi gas yang dihasilkan dengan cara distilasi, dengan persentase komponen sebagai berikut:

Tabel.1 Persentase komponen minyak atsiri pala

Komponen	Persentase
Alfa pinen	22,8
Beta pinen	15,5
Sabinen	19,3
Alpha fellandren	1,3
Mirsen	3,4
Alpha terpinen	2,8
Limonen	4,0
Beta fellandren	2.1
Gamma terpinen	4,2
Terpinolen	1,8
Terpinen-4-ol	4,6
Safrol	0,8
Metil eugenol	1,6
Cis iso eugenol	0,4
Miristisin	9,5

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Distilasi Air

Guenther (1987) menyatakan pada metode distilasi ini, bahan yang akan disuling kontak langsung dengan air mendidih. Bahan tersebut mengapung di atas air atau terendam secara sempurna tergantung dengan bobot dan jumlah bahan yang disuling. Air dipanaskan dengan metode pemanasan yang biasa dilakukan, yaitu dilakukan dengan panas langsung, metel uap, pipa uap melingkar tertutup, atau pipa uap berlingkar terbuka atau berlubang. Beberapa jenis bahan harus disuling dengan metode ini, karena bahan harus tercelup dan dapat bergerak bebas dalam air mendidih.

Minyak dalam jaringan tanaman mula-mula harus diekstraksi dari kelenjar tanaman dan selanjutnya dibawa ke permukaan bahan melalui peristiwa osmosis. Proses hidrodifusi tersebut sangat lambat, karena jarak yang ditempuh uap atau air relatif panjang. Pada penyulingan dengan air, bahan perlu dirajang terlebih dahulu menjadi ukuran kecil. Pada metode penyulingan air, seluruh ruang antar partikel bahan yang terisi oleh air.

Ketel diisi dengan bahan, selanjutnya ditambahkan dengan air sampai seluruh permukaan bahan terendam. Pengisian bahan tidak terlalu penuh, untuk menghindari bahan jangan sampai meluap dan masuk ke dalam kondensor. Setelah ditutup rapat, ketel dihubungkan dengan kondensor, dan selanjutnya kondensor dialiri air. Jika air telah mendidih pada tekanan tertentu, maka

kondensat akan mulai keluar dari ujung kondensor, dan menetes ke alat pemisah minyak yang telah terisi air. Selama proses penyulingan berjalan, sebaiknya ditambahkan air untuk mencegah agar tumpukan bahan jangan terlalu panas. Kecepatan penyulingan harus diatur sesuai dengan keadaan alat dan bahan yang akan disuling.

Pada proses penyulingan, cara penumpukan bahan harus diatur sedemikian rupa sehingga kontak antara uap dengan tumpukan bahan lebih efektif, sehingga mempercepat proses penyulingan dan rendemen minyak yang dihasilkan lebih tinggi. Bahan yang disuling diisi longgar dan terendam dalam air mendidih, sehingga partikel uap dapat kontak dengan semua partikel-partikel bahan dan menguapkan minyak atsiri. Minyak atsiri akan berdifusi dengan cepat menuju epidermis, sedangkan pada daun atau bunga proses difusi ini berlangsung lambat. Kehalusan perajangan, berat bahan dan konstruksi alat penyuling harus diperhitungkan secara tepat. Bahan tanaman yang mengandung komponen miyak atsiri bertitik didih tinggi, hanya dapat disuling dengan metode penyulingan air.

Selain alatnya yang cukup praktis, metode penyulingan air mempunyai keuntungan, karena dapat mengekstraksi minyak dari bahan yang berbentuk bubuk (akar, kulit, kayu dan sebagainya). Selain bahan tersebut akan menggumpal jika disuling dengan uap, sehingga uap tidak dapat berpenetasi ke dalam bahan. Uap hanya akan menguapkan minyak atsiri yang terdapat dipermukaan gumpalan.

Untuk bekerja secara lebih efisien, ketel pada sistem penyulingan berbentuk datar dengan permukaan yang luas untuk memudahkan penguapan. Bahan tanaman hendaknya diisikan secara merata, dengan ketinggian tidak lebih

dari empat inchi. Kemudian air diisi ke dalam ketel suling sehinga tinggi air kira-kira dua inchi di atas permukaan bahan. Tumpukan yang longgar mempunyai ruang antara yang cukup besar, sehingga penetrasi uap tidak terhambat walaupun timbul gelembung-gelembung uap dari dasar ketel penyuling.

Jumlah bahan dan kecapatan penyulingan harus diperhitungkan menurut semestinya dan bahan harus selesai terekstraksi pada hari yang sama. Sebaiknya diusahakan agar waktu penyulingan lebih singkat, agar proses hidrolisa sekecil mungkin dan dekomposisi serta resilifikasi selama pengolahan dapat dicegah, kare an hal ini mengakibatkan kehilangan sejumlah minyak atsiri.

3.2 Distilasi Fraksinasi

Menurut Miller dan Neuzel (1980), distilasi fraksinasi digunakan untuk memisahkan cairan volatil yang bercampur satu sama lain dengan perbedaan titik didih yang kecil. Efektifitas pemisahan ditentukan oleh kemurnian hasil.

Senyawa yang lebih volatil akan lebih banyak terbentuk pada fase uap relative terhadap komposisi molar mereka dalam cairan. Uap yang terjadi pertama kali dari cairan yang mendidih akan terembunkan dan diredistilasi selama berada di antara cairan yang mendidih dan ujung atas kolom fraksinasi. Pada kolom fraksinasi ini akan terjadi pemisahan senyawa dalam campuran berdasarkan titik didihnya. Uap yang kaya dengan komponen yang lebih volatil akan terembunkan dan keluar sebagai destilat. Senyawa yang kurang volatil akan berada di dalam labu distilasi sehingga perlu menaikkan suhu pemanasan untuk memisahkan senyawa yang tersisa.

Efisiensi kolom fraksinasi ditentukan oleh derajat pemisahan oleh volume cairan yang kembali dari kolom ke labu destilasi. Efisiensi kolom diukur oleh jumlah plat teoritis (n). Untuk campuran dua senyawa A dan B berlaku hubungan: Perbandingan mol fraksi uap yang mengembun berbanding lurus dengan perbandingan mol fraksi dalam cairan, yang dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$\frac{Y_{A,0}}{Y_{B,0}} = \alpha \frac{X_{A,0}}{X_{B,0}}$$

Di mana:

$X_{A,0}$ = fraksi mol komponen A mula-mula pada fasa cair

$X_{B,0}$ = fraksi mol komponen B mula-mula pada fasa cair

$Y_{A,0}$ = fraksi mol komponen A mula-mula pada fasa uap yang mengembun

$Y_{B,0}$ = fraksi mol komponen B mula-mula pada fasa uap yang mengembun

α = volatilitas relatif = P^0_A / P^0_B

3.3 Kromatografi Gas

Kromatografi adalah suatu metode pemisahan, dimana komponen-komponen yang dipisahkan didistribusikan diantara dua fasa. Salah satu fasa tersebut adalah suatu fase diam dan yang lainnya adalah fase gerak.

Kromatografi gas sebagai cara analisis yang dapat digunakan untuk menganalisa senyawa-senyawa organik. Terdapat dua jenis kromatografi gas, yaitu:

1) Kromatografi padatan gas
2) Kromatografi cairan gas

Dalam kedua hal ini sebagai fase gerak adalah gas (sehingga keduanya disebut kromatografi gas), tetapi fase diamnya berbeda. Pada kromatografi padatan gas fase diamnya adalah padatan, sedangkan pada kromatografi cairan gas fase diamnya adalah cairan. Meskipun demikian kedua cara tersebut mempunyai banyak persamaan. Perbedaan hanya terletak pada cara kerjanya. Pada kromatografi padatan gas bentuk absorbsi dan dalam kromatografi cairan gas bentuk partisi atau larutan.

Sebagai dasar pemahaman pemisahan yang terjadi pada kromatografi gas harus diketahui sifat-sifat kimia fisika dari senyawa yang dianalisis. Sifat kimia fisika tersebut akan dapat digunakan untuk menentukan cara analisis dalam penggunaan fase diam, suhu kolom, suhu tempat injeksi, suhu detektor yang digunakan.

Menurut Sastrohamidjojo (2002), bagian-bagian dari kromatografi gas adalah:

1. Gas pengangkut

   Gas pengangkut ditempatkan dalam silinder bertekanan tinggi. Biasanya tekanan dari silinder sebesar 150 atm. Tetapi tekanan ini sangat besar untuk digunakan secara langsung. Gas-gas yang biasa digunakan adalah : helium atau argon. Gas tersebut sangat baik, tidak mudah terbakar, inert, tetapi sangat mahal. Konduktivitas gas-gas tersebut tinggi dan molekulnya kecil.

2. Pengatur aliran dan pengatiur tekanan

   Regulator bekerja baik pada 2,5 atm, dan mengalirkan massa aliran dengan tetap. Tekanan lebih pada tempat masuk dari kolom diperlukan untuk mengalirkan cuplikan masuk ke dalam kolom. Ini disebabkan, kenyataan lubang akhir dari kolom biasanya mempunyai tekanan atmosfir biasa. Juga kenyataan bahwa suhu kolom adalah tetap, yang diatur oleh thermostat, maka aliran gas tetap yang masuk kolom akan tetap juga. Demikian juga komponen-komponen yang akan dielusikan pada waktu yang tetap yang disebut waktu penahanan (waktu retensi), Rt. Karena kecepatan gas tetap, maka komponen juga mempunyai volume karakteristik terhadap gas pengangkut = volume penahanan (volume retensi), V_r. Kecepan gas akan mempengaruhi efisiensi kolom.

3. Tempat injeksi

   Cuplikan dimasukkan ke dalam kolom dengan cara menginjeksikan melalui tempat injeksi. Hal ini dapat dilakukan dengan pertolongan jarum injeksi.

4. Kolom

   Kolom merupakan jantung dari kromatografi gas. Bentuk dari kolom dapat lurus, bengkok, misl berbentuk V atau W, dan kumparan atau spiral. Biasanya bentuk dari kolom adalah kumparan. Kolom selalu merupakan bentuk tabung. Panjang kolom dapat dari 1 sampai 3 meter. Diameter kolom mempunyai berbagai ukuran, biasanya pengukuran berdasarkan

diameter dalam kolom gelas yaitu antara 0,3 mm hingga 5 mm. Isi kolom adalah padatan pendukung dan fase diam.

3.4 Spektroskopi Massa

Menurut Sastrohamidjojo (2001), spektra massa diperoleh dengan menggunakan tenaga dari berkas elektron 70 ev. Kejadian yang utama berkas elektron menumbuk molekul hingga melepas sebuah elektron untuk membentuk ion molekuler, kemudian akan terjadi pemecahan.

$$M^+ \longrightarrow m_2^+ + m1 \text{ atau } m_1^+ + m2$$

Fragmen hasil pemecahan yang netral dan yang bermuatan negatif tidak dicatat oleh spektrometer massa. Puncak yang paling besar limpahannya dalam spectrum disebut puncak dasar, diberi tanda dengan harga atau angka 100%, sedangkan puncak lain termasuk ion molekuler limpahanya dinyatakan sebagai % dari puncak dasar.

Ion melekuler adalah puncak yang mempunyai bilangan massa yang paling besar (kecuali untuk puncak isotop) ion molekuler (M^+), menunjukan massa molekul yang dianalisis. Analisis dilakukan pada keaadaan vakum (tekanan 10^{-7} torr).

Spektrometer massa merupakan alat untuk menentukan massa atau berat molekul. Spektrometri massa hanya mencatat fragmen-fragmen yang bermuatan positif, dan dicatat sebagai m/z. Spektra massa menggambarkan antara intensitas (limpahan) fragmen-fragmen terhadap m/z dari fragmen.

BAB IV

METODELOGI PENELITIAN

4.1 Bahan dan Alat

4.1.1 Bahan yang digunakan

1. Larutan NaOH 0,5 N beralkohol
2. Natrium hidroksida 0,1 N
3. Larutan fenolthalein 1%.
4. Asam klorida 0,5 N
5. Alkohol 95%
6. Aquades
7. Biji Pala

4.1.1 Alat yang digunakan

1. Satu set alat distilasi air
2. Satu set alat kromatografi gas Shimazu 5890
3. Satu set alat GC-MS QP20 0S Shimazu
4. Piknometer
5. Polarimeter

4.2 Cara kerja

4.2.1 Penyulingan Minyak Pala

Biji buah pala kering yang dibeli di Pasar Bringarjo dihaluskan dengan cara ditumbuk sampai membentuk bubuk. Bubuk biji buah pala sebanyak 130 gram ditimbang dan ditempatkan dalam labu alas bulat 500 mL dengan 150 mL air, dan masukkan batu didih. Kemudian dipasang peralatan untuk distilasi uap dan tempatkan diatas *heating manthle*. Penyulingan biji pala dilakukan selama 4 jam. Pada waktu tertentu harus dilakukan penambahan porsi air yang kecil ke labu alas bulat untuk menggantikan air yang telah teruapkan bersama-sama dengan minyak. Hasil penyulingan yang terkumpul di dalam labu alas bulat penerima akan berisi dua cairan tak dapat bercampur, sejumlah besar air dan sebagian kecil jumlah produk organik yang diinginkan. Campuran ini dipisahkan dengan menggunakan corong pisah dan diambil lapisan atasnya yaitu minyak.

$$\text{Kadar minyak pala \%} = \frac{\text{Bobot minyak hasil distilasi}}{\text{Bobot pala}} \text{ X } 100\ \%$$

4.2.2 Identifikasi Minyak Pala

Minyak pala yang diperoleh, dilakukan uji pendahuluan dengan menggunakan kromatografi gas dan spektroskopi massa. Uji pendahuluan ini dimaksudkan untuk mengetahui komponen penyusun minyak pala tersebut sebelum dilakukan pemisahan.

4.2.3 Isolasi Komponen-komponen Utama Minyak Atsiri Pala

Minyak atsiri pala hasil distilasi dilakukan distilasi fraksinasi untuk memisahkan komponen-komponen yang ada pada minyak atsiri pala. Kemudian setiap fraksi dianalisis dengan menggunakn kromatografi gas untuk mengetahui komponen-komponen yang terdapat pada fraksi tersebut.

4.2.4 Uji Sifat Fisika

4.2.4.1 Bobot Jenis

Penentuan bobot jenis minyak pala dilakukan dengan memakai piknometer dan ditimbang dengan timbangan listrik. Mula-mula ditimbang piknometer kosong. Kemudian ke dalam piknometer dimasukkan air yang telah didinginkan dan ditimbang pada temperatur 25°C, dan diperoleh berat air pada temperatur 25^{o}C. Selanjutnya minyak pala yang telah didinginkan dalam piknometer yang sama pada temperatur 25^{o}C ditimbang dan diperoleh berat minyak pala.

$$\text{Bobot jenis} = \frac{c - a}{b - a}$$

Dimana : a = Berat piknometer + tutup

b = Berat piknometer + air

c = Berat piknometer + minyak pala

4.2.4.2 Kelarutan dalam Alkohol

Minyak pala sebanyak 1 mL dimasukan ke dalam 10 mL labu silinder bertutup (dikalibrasi pada 0,1 mL), dan ditambahkan secara berlahan-lahan tetes demi tetes sampai volume 10 mL alkohol dengan konsentrasi 80%, 95%, dan 96%

kemudian dikocok. Jika yang dihasilkan larutan jernih, dicatat jumlah volume dan konsentrasi alkohol yang dibutuhkan untuk menghasilkan larutan jernih tersebut. Penambahan alkohol dilanjutkan sampai 10 mL. Jika selama penambahan alkohol tersebut timbul warna kabur atau suram, maka dicatat titik dimana hal tersebut terjadi. Jika selama penambahn alkohol tidak terjadi larutan jernih, maka penetapan diulangi dengan menggunakan konsentrasi alkohol yang lebih tinggi.

4.2.4.3 Putaran Optik

Tabung polarimeter 100 mm yang berisi minyak pala yang diperiksa ditempatkan dibawah alat pemeriksa dan diantara polariser dan analiser. Secara perlahan-lahan putar analiser sampai setengahnya yang dapat dilihat melalui teleskop, dan intensitas sinarnya sama dengan penerangnya. Pada pengaturan yang sesuai, akan dapat dilihat arah rotasi ke kanan atau ke kiri berdasarkan intensitas penerangan ke kedua bagian bidang.

Setelah arah rotasi ditentukan, dengan hati-hati analiser diatur kembali sampai didapatkan intensitas penerangan yang sama dengn kedua bagian bidang. Kemudian dengan mengamatinya lewat mikroskop sambil memutar tombol analiser, maka garis diantara kedua bidang itu menjadi jelas dan selanjutnya dapat dibaca nilai derajat dan menitnya. Pembacaan kedua dapat dilakukan dengan syarat penyimpangan tidak boleh lebih dari 5' dari pembacaan pertama.

4.2.5 Uji Sifat Kimia

4.2.5.1 Penetapan Asam

Sebanyak 2,5 gram minyak pala dimasukan ke dalam sebuah labu penyabunan 100 mL. Alkohol 15 mL 95% ditambahkan dan tiga tetes larutan fenolthalein 1% ditambahkan. Asam bebas dititrasi dengan larutan standar natrium hidroksida 0,1 N, penambahan tetes alkali yang baik sewaktu titrasi adalah 30 tetes per menit. Isi labu harus digoyangkan terus selama titrasi berlangsung. Warna merah yang timbul pertama kali dan tidak hilang dalam 10 detik menunjukan titik akhir titrasi.

$$\text{Bilangan asam} = \frac{\text{mL NaOH X N NaOH X BM NaOH}}{\text{Bobot contoh}}$$

4.2.5.2 Penetapan Bilangan Penyabunan

Ke dalam 100 mL labu penyabunan tahan basa dimasukkan 1,5 gram minyak. 5 mL alkohol 95% dan 3 tetes fenolthalein ditambahkan, asam bebas dinetralkan dengan larutan NaOH 0,1 N. Kemudian ditambahkan 10 mL larutan NaOH 0,5 N beralkohol, yang diukur tepat dengan pipet atu buret. Labu dipasang pada kondensor yang berdiameter 1 cm dan panjang 1 meter, kemudian dipanaskan selama 1 jam di atas penangas. Dipindahkan ke erlemeyer dan dibiarkan dingin pada suhu kamar selama 15 menit. Sisa alkali dititrasi dengan asam klorida 0,5 N. Penambahan beberapa tetes lagi fenolthalein mungkin diperlukan pada titik ini.

$$\text{Bilangan penyabunan} = \frac{(tb\text{-}ts)\ X\ N\ HCl\ X\ BM\ NaOH}{\text{Bobot sampel}}$$

Dimana: tb = volume HCl titrasi blanko

ts = volume HCl titrasi sampel

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Penyulingan Minyak Pala

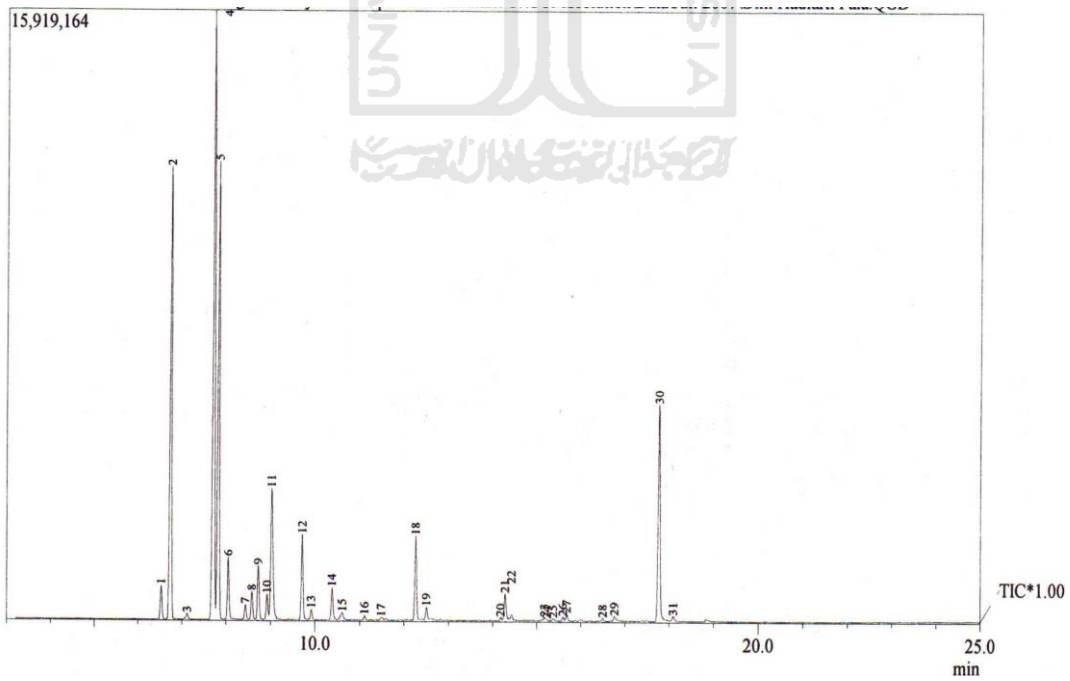
Sebelum melakukan penyulingan atau distilasi air dilakukan, biji pala ditimbang dan dirajang (dipotong kecil-kecil). Proses penyulingan dilakukan selama 4 jam. Minyak atsiri yang diperoleh dipisahkan dari air dengan menggunakan labu pemisah minyak. Distilasi air menggunakan alat yang sama dengan distilasi uap, hanya rajangan biji pala langsung dicampur dengan air dan dididihkan. Setelah melakukan pemisahan akan diperoleh minyak pala dengan warna kuning pucat atau hampir tidak berwarna atau jernih. Hal ini sesuai dengan sifat-sifat fisika dari minyak pala menurut *Essential Oil Assocation* (1975). Kadar minyak pala yang diperoleh dari hasil distilasi biji pala adalah sebesar 7,53%. Hal ini juga disebutkan oleh Lutony dan Rahmayati (2002), dimana kadar minyak pala berkisar antara 7-12%.

5.2 Identifikasi Minyak Pala

Identifikasi minyak pala menggunakan kromatografi gas, dilakukan dengan cara menginjeksikan sampel minyak pala ke dalam ruang injeksi yang telah dipanasi. Sampel kemudian dibawa oleh gas pembawa melalui kolom untuk dipisahkan. Di dalam kolom fase diam akan menahan komponen secara selektif berdasarkan koefisien distribusinya dan akan dialirkan ke detektor yang memberi sinyal untuk kemudian dapat diamati pada sistem pembaca.

Identifikasi sampel minyak pala yang dianalis dengan spektroskopi massa, dari sampel dengan data spektra massa standar yang tersimpan dalam kepustakan instrumen GC-MS. Perbandingan dilakukan dengan melihat nilai SI *(Similiarity Index)* atau indeks spektra senyawa yang ada pada komputer. Semakin tinggi nilai SI maka senyawa itu maka akan semakin mirip dengan senyawa yang dianalisis. Sehingga, dapat ditampilakan bahwa sampel tersebut sama dengan senyawa yang memiliki SI tertinggi dalam data komputer yang diberikan komputer. Dengan metode ini maka alat *GC-MS* dapat digunakan untuk menentukan nama senyawa tanpa memerlukan senyawa standar yang digunakan dalam metode *spiking* pada kromatografi gas.

Berikut ini ditampilkan kromatogram dari identifikasi minyak pala menggunakan kromatografi gas seperti yang ditunjukkan pada Gambar 7 berikut.



Gambar 7. Kromatogram minyak pala

Kondisi operasi alat GC-MS :

Jenis pengionan : EL (Electro Impact)

Jenis kolom : Rtx-5MS (30 meter)

Suhu kolom : Suhu awal 70 ^{o}C / 5 menit, kenaikan 10 ^{o}C/menit, suhu akhir 280 ^{o}C

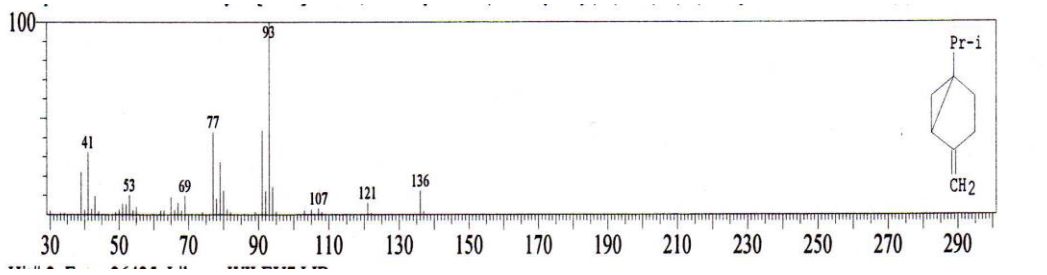
Gas pembawa : Helium 13,7 Kpa

Injektor mode : Split 1 : 80

Temperatur detektor : 280 ^{o}C

Temperatur injektor : 290 ^{o}C

Dari kromatgram GC minyak pala hasil distilasi terdapat 5 puncak utama yang berarti dalam minyak pala tersebut terdapat 5 komponen senyawa utama. Puncak dengan waktu retensi (rt) = 7,715 menit dan persentase sebanyak 26,13 % adalah puncak sabinen, yang merupakan komponen terbanyak dalam minyak pala. Hal ini dibuktikan dengan spektra MS yang ditunjukkan Gambar 8 berikut.

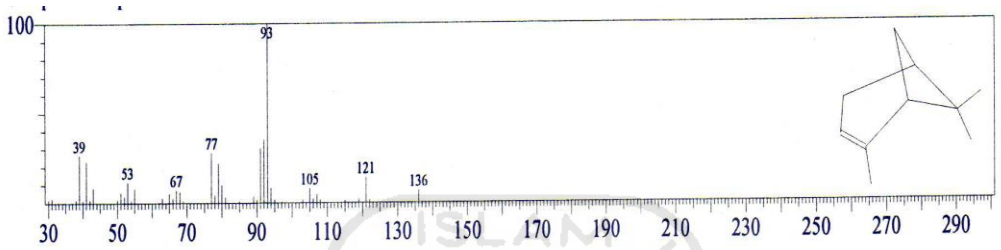


Gambar 8. Spektra MS sabinen

Puncak ion molekul pada m/z = 136 sebagai M^{+}. Pola fragmentasi sabinen dapat dijelaskan sebagai berikut. Pemecahan pertama terjadi pada ikatan CH_3 (metil), yang menghasilkan fragmen pada m/z = 121 yang kemudian terurai lebih

lanjut. Pemecahan selanjutnya adalah lepasnya isopropil yang menghasilkan puncak pada m/z = 93 = M^+-43 sebagai puncak dasar.

Komponen senyawa kedua terbanyak adalah alfa-pinen. Puncak dengan waktu retensi (rt) = 6,743 menit dan 18,10 % adalah alfa-pinen. Hal ini dibuktikan dengan spektra MS yang ditunjukkan Gambar 9 berikut.

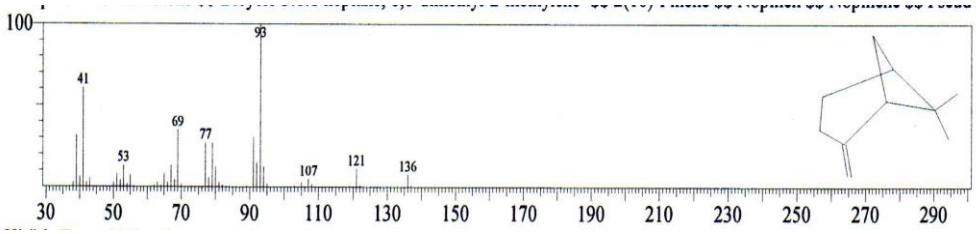


Gambar 9. Spektra MS alfa-pinen

Puncak ion molekul pada m/z = 136 sebagai M^+ mempunyai intensitas rendah. Intensitas rendah ini kemungkinan disebabkan cincin anggota empat yang menyebabkan ketidakstabilan. Pola fragmentasi alfa-pinen dapat dijelaskan sebagai berikut. Pemecahan pertama terjadi pada ikatan CH_3 (metil), yang menghasilkan fragmen pada m/z = 121 yang kemudian terurai lebih lanjut. Pemecahan selanjutnya adalah lepasnya isopropil yang menghasilkan puncak pada m/z = 93 = M^+-43 sebagai puncak dasar (Sastrohamidjojo, 2004). Puncak dasar ini dapat dihasilkan melalui dua mekanisme berbeda, yaitu: langsung dari ion induk setelah terjadi mingrasi atau perpindahan ikatan rangkap atau dari m/z = 121 (Erikson Syadow, 1964).

Beta-pinen yang merupakan komponen senyawa ketiga terbanyak mempunyai puncak dengan waktu retensi (rt) = 7,825 menit dan persentase

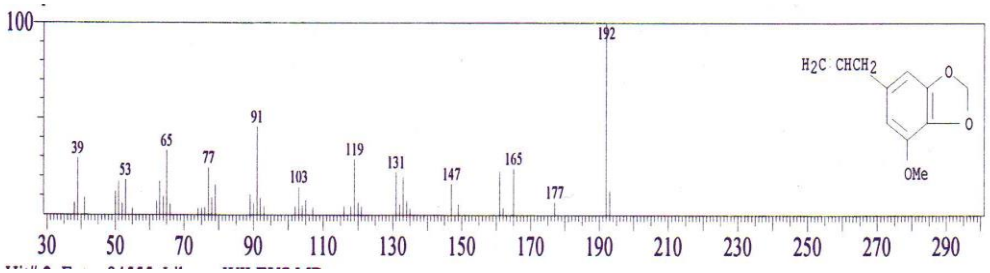
sebanyak 17,65 %. Hal ini dibuktikan dengan spektra MS yang ditunjukkan gambar 10 berikut.



Gambar 10. Spektra MS beta-pinen

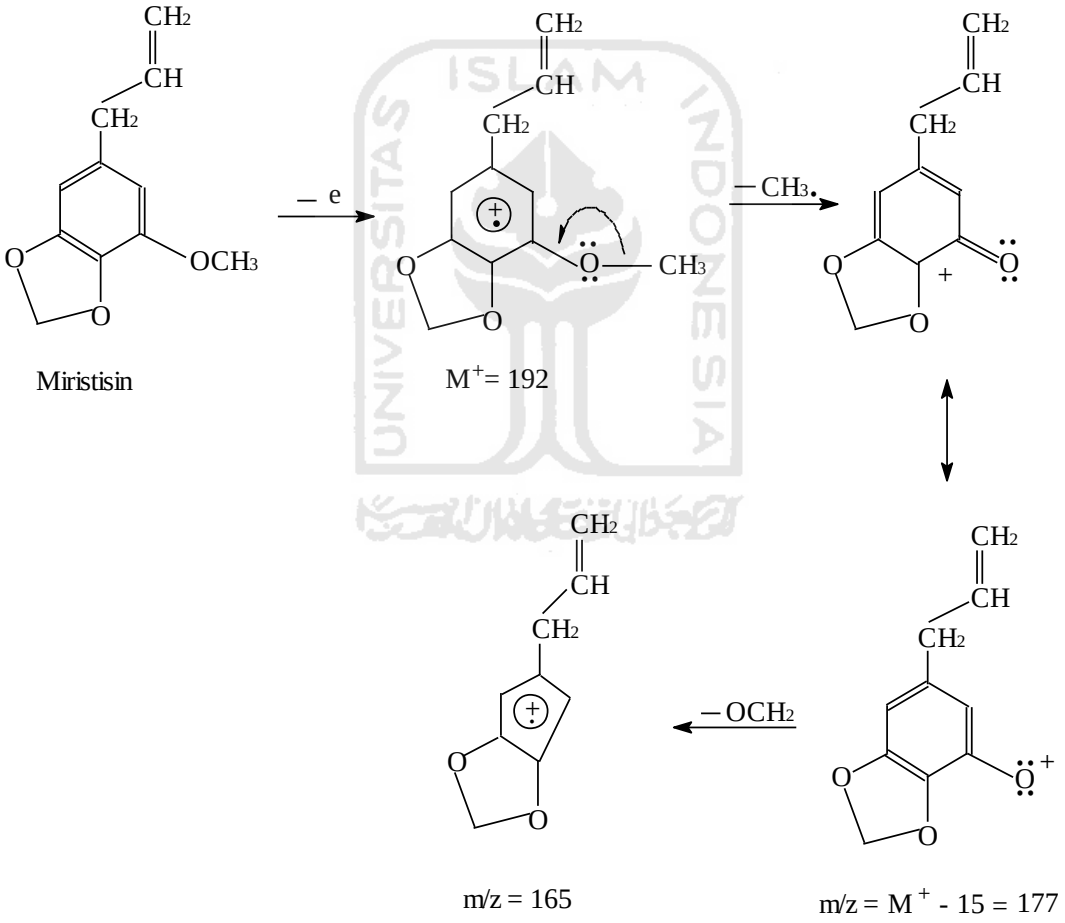
Puncak ion molekul pada m/z = 136 sebagai M^+. Pola fragmentasi beta-pinen dapat dijelaskan sebagai berikut. Pemecahan pertama terjadi pada ikatan CH_3 (metil), yang menghasilkan fragmen pada m/z = 121 yang kemudian terurai lebih lanjut. Pemecahan selanjutnya adalah lepasnya isopropil yang menghasilkan puncak pada m/z = 93 = M^+-43 sebagai puncak dasar. Spektrum massa bata-pinen mirip dengan spektrum massa alfa-pinen. Perbedaan utama adalah puncak agak kuat pada m/z = 69 yang muncul dari setelah pemutusan pada ikaan cicin anggota empat (Sastrohamidjojo, 2004).

Miristisin yang merupakan ciri khas minyak pala, mempunyai puncak dengan waktu retensi (rt) = 17,769 menit dan persentase sebanyak 9,76 %. Hal ini dibuktikan dengan spektra MS yang ditunjukkan Gambar 11 berikut.

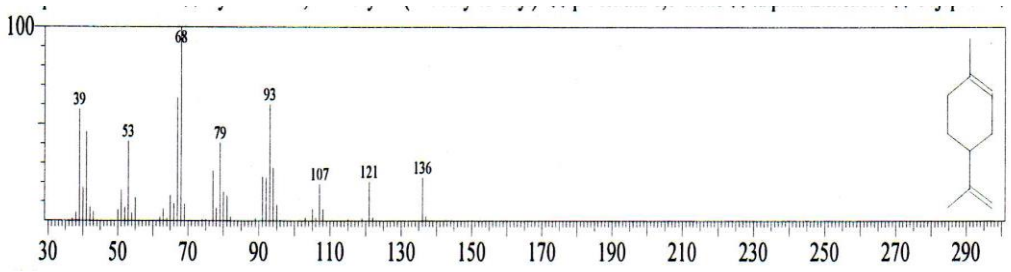


Gambar 11. Spektra MS miristisin

Puncak ion molekul pada m/z = M^+ = 192 terlihat jelas sekaligus puncak dasar. Hal ini merupakan karakterisik senyawa-senyawa fenol yang stabil (Sastrohamidjojo, 2001). Pola fragmentasi miristisin dapat dijelaskan sebagai berikut. Pemecahan pertama terjadi pada ikatan CH_3 (metil), yang menghasilkan fragmen pada m/z = 177 yang kemudian terurai lebih lanjut. Pemecahan selanjutnya adalah lepasnya O-CH_2 yang menghasilkan puncak pada m/z = 165. Adapun fragmentasinya dapat digambarkan sebagai berikut.



Limonen mempunyai puncak dengan waktu retensi (rt) = 9,026 menit dan persentase sebanyak 6,76 %. Hal ini dibuktikan dengan spektra MS yang ditunjukkan Gambar 12 berikut.



Gambar 12. Spektra MS limonen

Puncak ion molekul pada m/z = 136 sebagai M^+. Pola fragmentasi limonen dapat dijelaskan sebagai berikut. Pemecahan pertama terjadi pada ikatan CH_3 (metil), yang menghasilkan fragmen pada m/z = 121 yang kemudian terurai lebih lanjut. Pemecahan selanjutnya puncak pada m/z = 93 = M^+-43. Puncak dasar pada m/z = 68 diperoleh dari reaksi homolitik Retro-Diels-Alder. Puncak ini sama dengan satu unit isoprena (Sastrohamidjojo, 2004)

5.3 Isolasi Komponen Minyak Pala

Isolasi komponen dilakukan dengan menggunakan distilasi fraksinasi vakum. Isolasi ini bertujuan untuk memisahkan komponen-komponen minyak pala berdasarkan titi didihnya.

Tabel 2. Hasil distilasi fraksinasi minyak pala

Fraksi	Suhu (^oC)	Tekanan (mmHg)	Hasil (gram)
1	150 - 159	5	12,54
2	160 - 190	5	3,13
3	190 - 220	5	3,36

Keterangan : berat minyak pala 26,91 gram.

Kondisi operasi alat GC :

Kolom : HP-5 (30 meter)

Detektor : FID

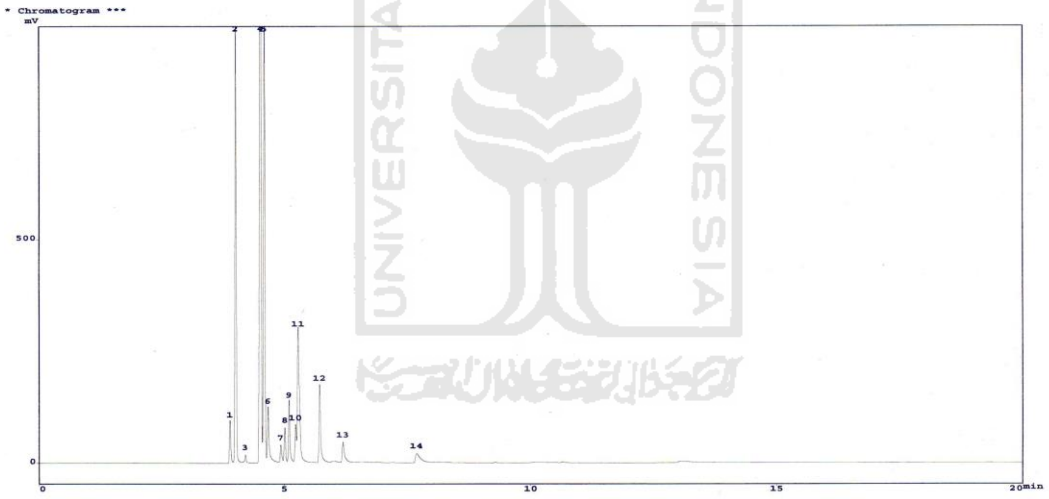
Suhu detektor : 300 ^{o}C

Suhu injektor : 280 ^{o}C

Gas pembawa : Helium

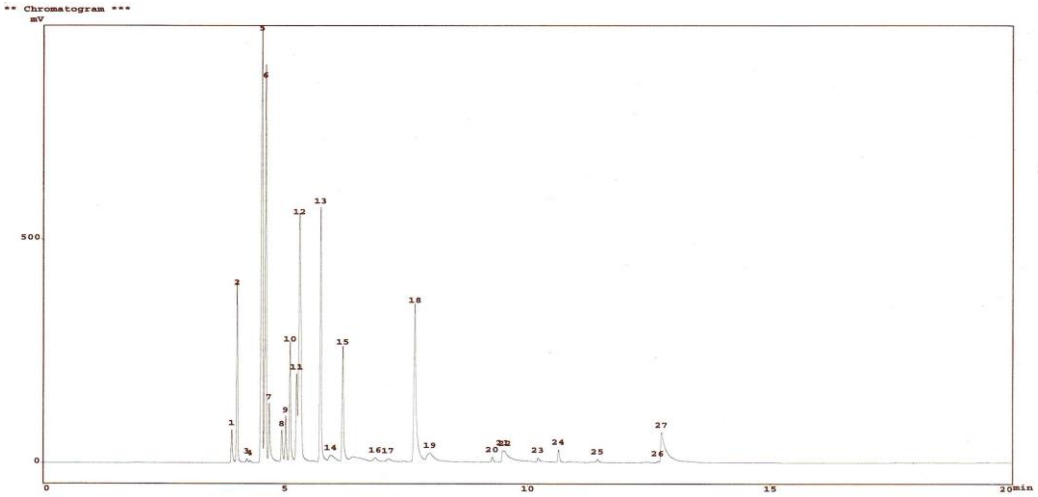
Split : 60 Kpa

Suhu kolom : suhu awal 60 ^{o}C/2 menit, kemudian 10 ^{o}C/5 menit, suhu akhir 280 ^{o}C



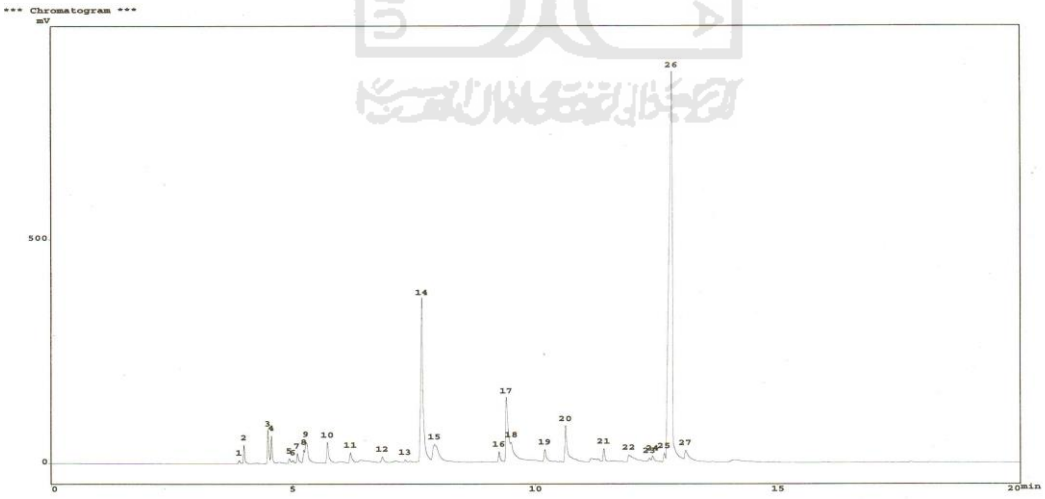
Gambar 13. Kromatogram hasil distilasi fraksinasi fraksi 1

Pada hasil distilasi fraksinasi fraksi satu ini terdapat puncak dengan waktu retensi (rt) = 4,525 menit dan 29,35 % sebagai puncak sabinen. Puncak dengan waktu retensi 4,600 menit dan 21,67 % sebagai puncak beta-pinen. Sedangkan puncak dengan waktu retensi (rt) = 4,019 menit dan 19,24 % sebagai puncak alfa-pinen.



Gambar 14. Kromatogram hasil distilasi fraksinasi fraksi 2

Pada hasil distilasi fraksinasi fraksi satu ini terdapat puncak dengan waktu retensi (rt) = 4,526 menit dan 17,96 % sebagai puncak beta pinen. Limonen ditunjukan oleh puncak dengan waktu retensi 5,234 menit dan 3,50 %. Alfa-pinen juga masih terdapat pada fraksi ini yang ditunjukan oleh punak dengan waktu retensi (rt) = 4,017 menit dan *yielt* 5,66 %.



Gambar 15. Kromatogram hasil distilasi fraksinasi fraksi 3

Pada hasil distilasi fraksinasi fraksi tiga ini terdapat puncak dengan waktu retensi (rt) = 12,825 menit sebagai puncak miristisin yang menyebabkan rasa

pedas pada buah pala. Saat dilakukan identifikasi terhadap minyak pala konsentrasi miristisin hanya 9,76 %, tetapi setelah dilakukan isolasi kadarnya menjadi 52,49 %.

Waktu retensi senyawa-senyawa penyusun minyak pala mengalami perbedaan saat dilakukan identifikasi menggunakan *GC-MS* dan isolasi yang hasilnya dianalisis dengan *GC*. Hal ini terjadi karena adanya perbedaan kolom. Pada instrumen *GC-MS* digunakan jenis kolom Rtx-5MS, sedangkan pada instrumen *GC* digunakan kolom HP-5. Selain itu suhu yang digunakan juga berbeda yang dapat menyebabkan perbedaan waktu retensi.

5.4 Uji Sifat Fisika

5.4.1 Bobot Jenis

Nilai bobot jenis minyak ditentukan oleh komponen kimia yang terkandung di dalamnya. Semakin tinggi kadar fraksi berat maka bobot jenis semakin tinggi. Pada waktu penyulingan, penetrasi uap pada bahan berukuran kecil berlangsung lebih mudah karena jaringannya lebih terbuka sehingga jumlah uap air panas yang kontak dengan minyak lebih banyak. Kondisi tersebut mengakibatkan komponen fraksi berat minyaknya lebih mudah dan cepat diuapkan.

Nilai bobot jenis minyak atsiri pada suhu 25°/25° C didefinisikan sebagai perbandingan antara berat minyak pada suhu 25 ^{o}C dengan berat air pada volume air yang sama dengan volume minyak pada suhu 25 ^{o}C.

Nilai bobot jenis hasil penelitian adalah 0,897. Nilai ini berada di *range* standar Minyak pala *(myristica fragrans houtt)* yang ditetapkan *Essential Oil Association of USA* (1975) yaitu antara 0,880 – 0,930. Hal ini berari minyak pala hasil penyulingan memenuhi standar *EOA*.

5.4.2 Kelarutan dalam Alkohol

Tingkat kelarutan minyak dalam alkohol dipengaruhi oleh jenis dan konsentrasi senyawa yang dikandungnya. Menurut Heath (1978), minyak atsiri yang konsentrasi senyawa terpennya tinggi, sukar larut; sedangkan yang banyak mengandung senyawa terpen-o mudah larut dalam etanol. Dalam penyulingan bertingkat, uap panas lebih mudah dan cepat menembus bahan yang susunannya tidak padat dibanding susunan tidak bertingkat, sehingga senyawa terpen-o yang titik didihnya lebih rendah, lebih banyak terdapat dalam minyak sehingga minyaknya mudah larut dalam alkohol.

Bahan yang berukuran lebih besar, lebih sukar diuapkan minyak atsirinya sehingga senyawa fraksi berat dalam minyak seperti terpolimerisasi akibat pengaruh panas terus menerus dalam penyulingan dan polimer yang terbentuk tidak dapat diuapkan. Kondisi tersebut mengakibatkan komposisi terpen-o dalam minyaknya lebih rendah sehingga minyaknya sukar larut dalam alkohol.

Semakin lama penyulingan maka senyawa fraksi-fraksi berat dalam minyak akan lebih banyak sehingga kelarutannya dalam alkohol semakin rendah. Perlakuan pada minyak pala menghasilkan nisbah volume alkohol 96% dan minyak 1,43 :1. Pada alkohol 95%, didapatkan nisbah volume alkohol dengan

minyak sebesar 2:1 dan menghasilkan larutan kekuning-kuningan. Sedangkan pada alkohol 80% tidak larut sampai penambahan 10 mL. Menurut standar *EOA* (1975), kelarutan minyak dalam alkohol 80% adalah dalam nisbah volume alkohol dengan minyak sebesar 3:1 atau lebih.

Tabel 3. Kelarutan dalam asam

Konsentrasi alkohol (%)	Volume alkohol (mL)
96	1,9
96	1,1
96	1,3

5.4.3 Putaran Optik

Besarnya putaran optik tergantung pada jenis dan konsentrasi senyawa, panjang jalan yang ditempuh sinar melalui senyawa tersebut dan suhu pengukuran (Guenther, 1987). Besar putaran optik minyak merupakan gabungan nilai putaran optik senyawa penyusunnya. Penyulingan bahan berukuran kecil akan menghasilkan minyak yang komponen senyawa penyusunnya lebih banyak (lengkap) dibanding dengan bahan ukuran besar, sehingga putaran optik yang terukur adalah putaran optik dari gabungan (interaksi) senyawa-senyawa yang biasanya lebih kecil dibanding putaran optik gabungan senyawa yang kurang lengkap (sedikit) yang dihasilkan bahan berukuran besar.

Putaran optik minyak dari semua perlakuan bersifat positif, yang berarti memutar bidang polarisasi cahaya kekanan. Nilainya antara 29,7 sampai 29,8 derajat. Nilai ini masuk dalam standar *EOA* (1975) yang nilainya 2 sampai 30 derajat.

Tabel 4. Putaran optik

Pembacaan	Putaran optik
1	29,7
2	29,7
3	29,8

5.5 Uji Sifat Kimia

5.5.1 Penetapan Asam

Bilangan asam merupakan ukuran seberapa besar asam lemak telah terbentuk dari trigleseridanya dari hasil hidrolisis enzimatis. Bilangan asam dapat juga merupakan ukuran jumlah asam lemak bebas yang dihitung berdasarkan berat molekul dari asam lemak atau campuran asam lemak. Bilangan asam dinyatakan sebagai jumlah mg NaOH 0,1 N yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam satu gram minyak atau lemak.

$$R\text{—}COOH + NaOH \longrightarrow R\text{—}COONa + H_2O$$

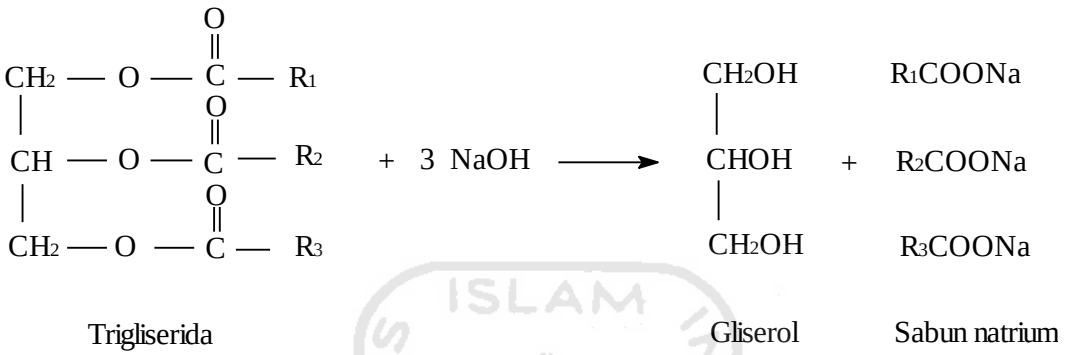
Reaksi ini juga dipengaruhi oleh adanya udara atau cahaya, sehingga pada penelitian ini minyak pala disimpan dalam wadah gelap yang kedap cahaya. Hal ini dilakukan dengan tujuan menghindari reaksi hidrolisis dan terbentuknya asam lemak baru karena adanya prosel oksidasi. Dari hasil penelitian yang dilakukan diperoleh rata-rata bilangan asam minyak pala adalah 2,07.

Tabel 5. Penetapan asam

Bobot contoh (gram)	Volume NaOH 0,1 N (mL)
2,50	1,3
2,51	1,5
2,50	1,2

5.5.2 Penetapan Bilangan Penyabunan

Bilangan penyabunan menunjukkan jumlah NaOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas dan menyabunkan ester yang terdapat dalam satu gram minyak atau lemak.



Tabel 6. Bilangan penyabunan

Bobot contoh (gram)	Titrasi sampel (mL)	Titrasi blanko (mL)
1,51	6,7	8,2
1,51	6,8	9,9
1,50	5,8	10,0

Dari data pembanding bilangan untuk minyak pala dapat dilihat bahwa bilangan penyabunan untuk minyak pala hasil rata-rata rendah yaitu 38,84, bila dibandingkan dengan minyak wijen, jagung, kedelai, jarak, kacang tanah dan tengkawang. Hal ini menunjukan bahwa minyak pala memiliki bobot molekul yang lebih besar.

Nilai bilangan penyabunan berbanding terbalik dengan berat molekul asam lemak penyusunnya. Angka penyabunan dapat digunakan untuk menentukan bobot molekul minyak atau lemak secara kasar. Minyak yang disusun oleh asam lemak berantai C pendek, berarti mempunyai berat molekul relatif kecil. Hal ini

menyebabkan angka penyabunan yang besar dan sebaliknya, minyak dengan berat molekul basar mempunyai angka penyabunan relatif kecil. Bilangan penyabunan juga merupakan ukuran banyaknya asam lemak penyusun minyak atau lemak.

Tabel 7. Perbandingan Sifat kimia dan fisika standar nasional Indonesia (SNI) dengan hasil penelitian

Sifat kimia dan fisika	Standar nasional Indonesia (SNI)	Hasil penelitian
Warna	Bening/kuning pucat	Kuning pucat
	0,880-0,930	0,897
Putaran optik	2^{o}-30^{o}	$29,7^{o}$-$29,8^{o}$
Kelarutan dalam alkohol	80%: larut dalam 3 volume	1.96%:larut dalam 1,43 volume 2.95%:larut dalam 2 volume
Bilangan asam	5	2,07
Bilangan penyabunan		38,84

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut **:**

1. Kadar minyak pala yang diperoleh dari hasil distilasi biji pala adalah sebesar 7,53%.
2. Minyak pala hasil distilasi dapat diidentifikasi lima komponen utama, yaitu:
    1. Sabinen 26,13 %.
    2. Alpa-pinen 18,10 %.
    3. Beta-pinen17,65 %.
    4. Miristisin 9,76 %.
    5. Limonen 6,76 %.
3. Minyak pala hasil distilasi memiliki :
    1. Penampilan, warna, bau: kuning pucat, memiliki rasa dan bau khas pala.
    2. Berat jenis, 25^{o}C: 0,897.
    3. Putaran optik: 29,7^{o} - 29,8 ^{o}.
    4. Kelarutan dalam alkohol 96%: larut dalam 1, 43 volume.
    5. Kelarutan dalam alkohol 95%: larut dalam 2 volume.
    6. Bilangan asam : 2,07.
    7. Bilangan penyabunan : 38,84.

6.2 Saran

Dari hasil-hasil yang telah diperoleh pada penelitian ini, maka diberikan saran sebagai berikut :

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap turunan senyawa miristisin supaya pemamfaatannya tidak terbatas sebagai bahan pewangi dan pemberi aroma makanan.

DAFTAR PUSTAKA

Anonim, 2007, Alfa-pinene, diambil dari: http/en.wekipedia.org/wiki/ Alfa-pinene diakses jam 13.05 12-09-2007

Anonim, 2007, Beta-pinene, diambil dari: http/en.wekipedia.org/wiki/ Beta-pinene diakses jam 13.07 12-09-2007

Anonim, 2007, Limonene, diambil dari: http/en.wekipedia.org/wiki/ Limonene diakses jam 13.10 12-09-2007

Anonim, 2006, Nutmeg, diambil dari: http/en.wekipedia.org/wiki/Nutmeg diakses jam 12.59 12-09-2007

Anonim, 2007, Miristicine, diambil dari: http/en.wekipedia.org/wiki/ Miristicine diakses jam 12.05 12-09-2007

Anonim, 2007, Sabinene, diambil dari: http/en.wekipedia.org/wiki/ Sabinene diakses jam 12.55 12-09-2007

Budavari,S., 1996, *The Merck Index, Merek Reseach Laboratories Division of MERCK AND CO., Inc,* Westport diakses jam 10.32 15-09-2007

Direktorat Jendral Industri Kecil., 1983, Petunjuk Manuskrip Standard SSI untuk Minyak Pala, Departeman Perindustrian, Jakarta

Erikson Syadow, 1964, *Acta Chem Scand Soc*, (B) 219

Essensial Oil Association (EOA) of USA., 1975, *EOA Specifications and Standards*, EOA, New York diakses jam 10.13 15-09-2007

Flach M & Willink MT., 1966, *Myristica fragrans Hout*, Prosiding:143 diakses jam 10.315 15-09-2007

Guenther, E., 1987, The Essensial Oil, Diterjemahkan oleh Kataren S., Minyak Atsiri Jilid I UI-Press, Jakarta

Heath, H.B. 1978. *Flavor Technology: Profiles, Product, Applications. The AVI Publishing Co., Inc.*, Westport diakses jam 10.25 15-09-2007

Lutony, T.L dan Rahmayati, Y., 2002, Produksi dan Perdagangan Minyak Atsiri, Balai Pustaka, Jakarta

Miller J. A., dan Neuzel E. F., 1980, *Modern Experimental Organic Chemistry*, Western Washingthon

Raphael I., 1988, *Natural Product A Laboratory Guide*, Departement of Organic Chemistry, New York diakses jam 10.23 15-09-2007

Sastrohamidjojo, Hardjono., 2001, Spektroskopi, Liberty, Jogjakarta

Sastrohamidjojo, Hardjono., 2002, Kromatografi, Liberty, Jogjakarta

Sastrohamidjojo, Hardjono., 2004, Kimia Minyak Atsiri, Gajah Mada University Press, Jogjakarta

Shulgin AT. 1966. *Possible implication of myristin as a psichotropic substance. Nature*, 210:380-384 diakses jam 10.15 15-09-2007

Subaddarage J. Sarath-Kumara, Errol R. Jansz, dan Hearath M. Dharmadasa., 1984, *Some physical and chemical characteristics of Sri Lankan nutmeg oil, diambil dari Journal of the Science of Food and Agriculture* Volume 36, Issue 2 , Pages 93 – 100 diakses jam 10.10 15-09-2007

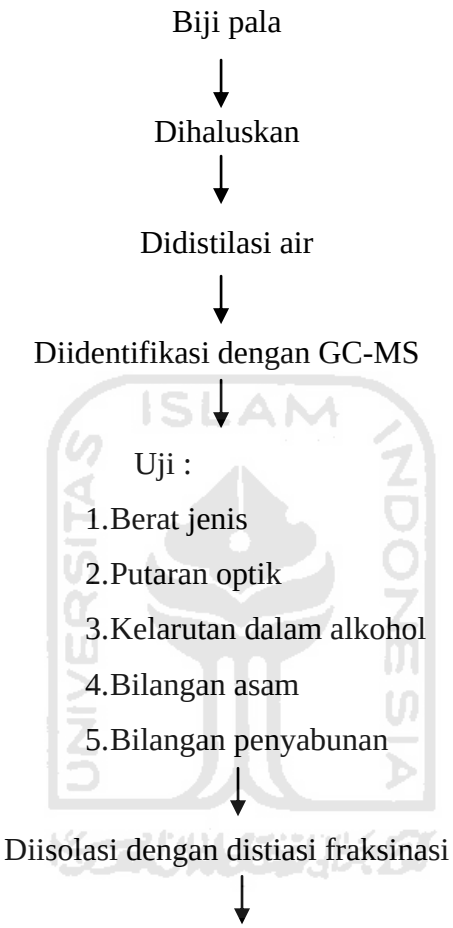
Sulaswaty, A., 2001, Proses ekstraksi dan pemurnian bahan pewangi dari tanaman Indonesia, diambil dari http://lipi.inovasi-indonesia.com diakses jam 10.05 15-09-2007

Sunanto,H., 1993, Budidaya Pala Komoditas Ekspor, Kanisius

Lampiran

Lampiran 1

Skema Kerja Penelitian



Lampiran 2

Gambar Instrumen GC-MS dan GC



Gambar Instrumen GC-MS



Gambar Instrumen GC

Lampiran 3

Perhitungan Bobot Jenis Minyak Pala

Berat piknometer + tutup (a) = 25,67 gram

Berat piknometer + air (b) = 54,85 gram

Berat piknometer + minyak pala (c) = 51,84 gram

$$\text{Bobot jenis} = \frac{c - a}{b - a}$$

$$= \frac{51{,}86 \text{ gram} - 25{,}67 \text{ gram}}{54{,}85 \text{ gram} - 25{,}67 \text{ gram}}$$

$$= 0,897$$

Lampiran 4

Perhitungan Kadar Minyak Pala

Bobot pala = 123,42 gram

Bobot minyak = 9,3 gram

$$\text{Kadar minyak pala \%} = \frac{\text{Bobot minyak hasil distilasi}}{\text{Bobot pala}} \text{ X } 100\ \%$$

$$= \frac{9{,}3 \text{ gram}}{123{,}42 \text{ gram}} \text{ X } 100\ \%$$

$$= 7,\ 53\ \%$$

Lampiran 5

Perhitungan Bilangan Asam Minyak Pala

Rata-rata bobot contoh = 2,50 gram

Rata-rata volume NaOH = 1,3 mL

Berat molekul NaOH = 39,9

$$\text{Bilangan asam} = \frac{1{,}3 \text{ X } 0{,}1 \text{ X } 39{,}9}{2{,}50}$$

$$= 2{,}07$$

Lampiran 6

Perhitungan Bilangan Penyabunan

Rata-rata robot contoh = 1,51 gram

Rata-rata volume HCl titrasi sampel = 6,43 mL

Rata-rata volume HCl titrasi blanko = 9,37 mL

Berat molekul NaOH = 39,9

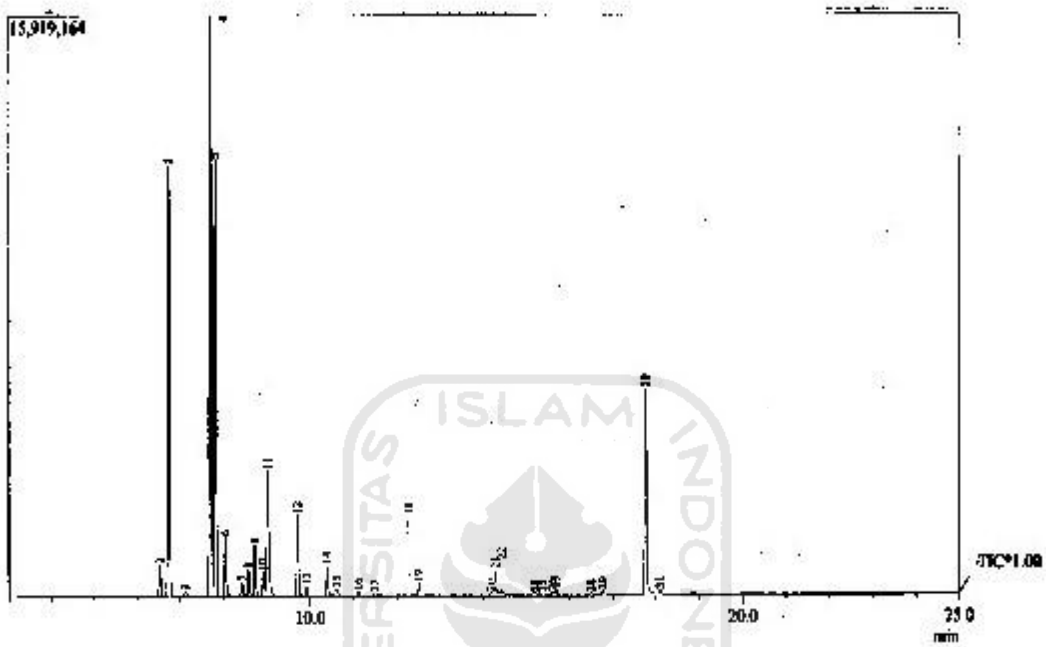
$$\text{Bilangan penyabunan} = \frac{(tb\text{-}ts)\ X\ N\ HCl\ X\ BM\ NaOH}{\text{Bobot sampel}}$$

$$= \frac{2{,}94\ X\ 0{,}5\ X\ 39{,}9}{1{,}51}$$

$$= 38{,}84$$

Lampiran 7

Kromatogram Minyak Pala

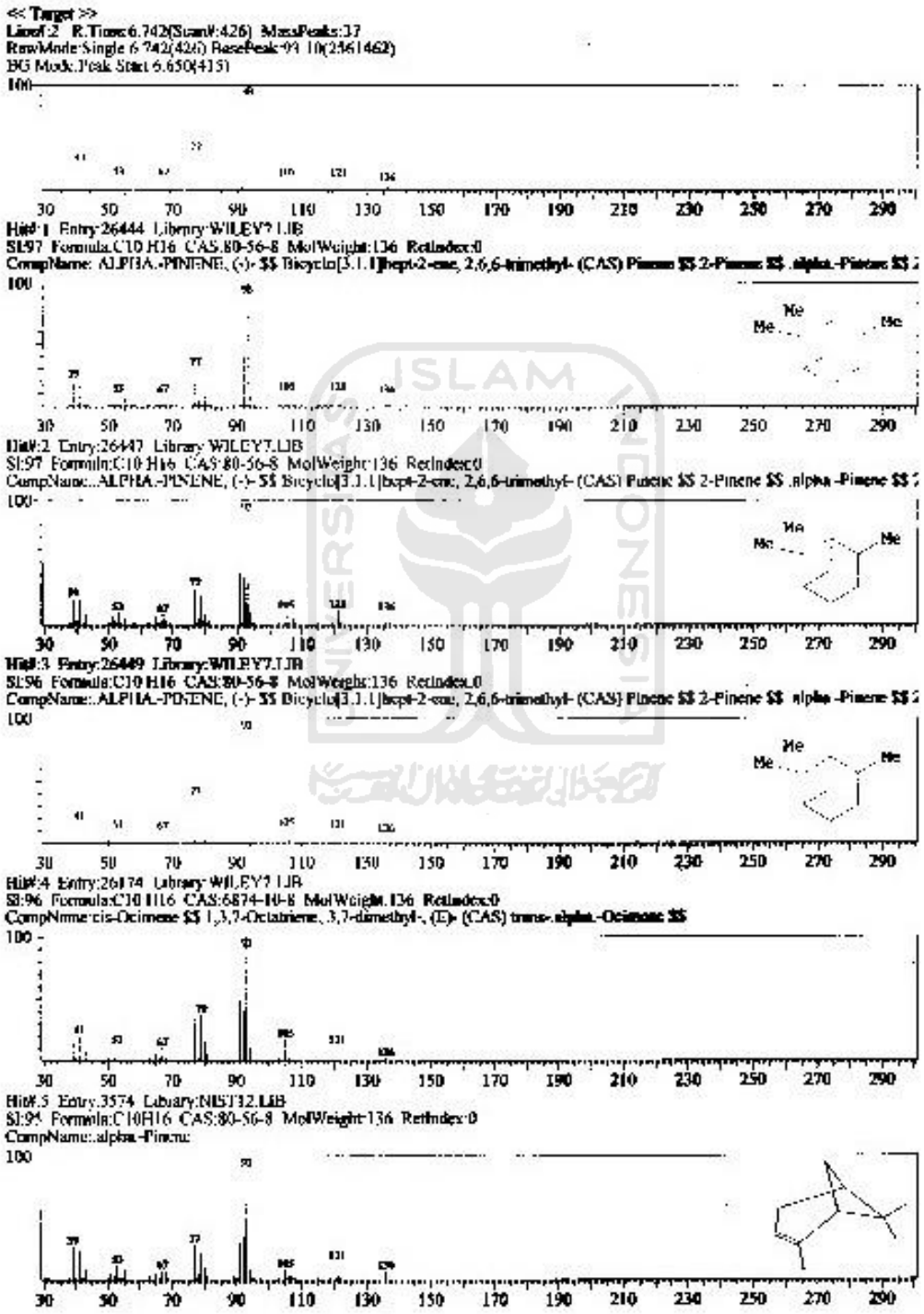


Peak Report TIC

Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height
1	6.531	6.467	6.608	2458808	1.38	823194
2	6.743	6.650	6.825	32254841	18.10	11800426
3	7.122	7.075	7.183	351608	0.20	138396
4	7.715	7.617	7.767	46556263	26.13	15888575
5	7.825	7.767	7.908	31457460	17.65	11978596
6	8.049	7.908	8.158	4199691	2.36	1610183
7	8.440	8.383	8.508	1062194	0.60	386458
8	8.585	8.525	8.658	1979376	1.11	798492
9	8.728	8.667	8.825	3873218	2.17	1390805
10	8.925	8.825	8.967	1746577	0.98	638810
11	9.026	8.967	9.175	12039068	6.76	5025026
12	9.713	9.642	9.817	6153431	3.45	2208451
13	9.918	9.817	9.992	756061	0.42	272316
14	10.383	10.317	10.483	2437974	1.37	838683
15	10.613	10.483	10.708	949471	0.53	194035
16	11.112	11.058	11.183	317594	0.18	124238
17	11.485	11.442	11.567	237032	0.13	60079
18	12.259	12.192	12.350	6916446	3.88	2183258
19	12.504	12.350	12.567	898862	0.50	309316
20	14.185	14.142	14.225	217440	0.12	81259
21	14.280	14.225	14.358	2265550	1.27	689771
22	14.428	14.358	14.492	477956	0.27	154660
23	15.178	15.142	15.200	126640	0.07	54901
24	15.233	15.200	15.267	66289	0.04	24811
25	15.376	15.333	15.450	167075	0.09	52232
26	15.597	15.450	15.633	249925	0.14	95170
27	15.683	15.633	15.750	514354	0.29	178496
28	16.500	16.458	16.558	194675	0.11	72132
29	16.767	16.717	16.867	427877	0.24	117913
30	17.769	17.683	17.908	17586214	9.76	5615963
31	18.092	18.042	18.158	341954	0.19	112263
				178185464	100.00	62399510

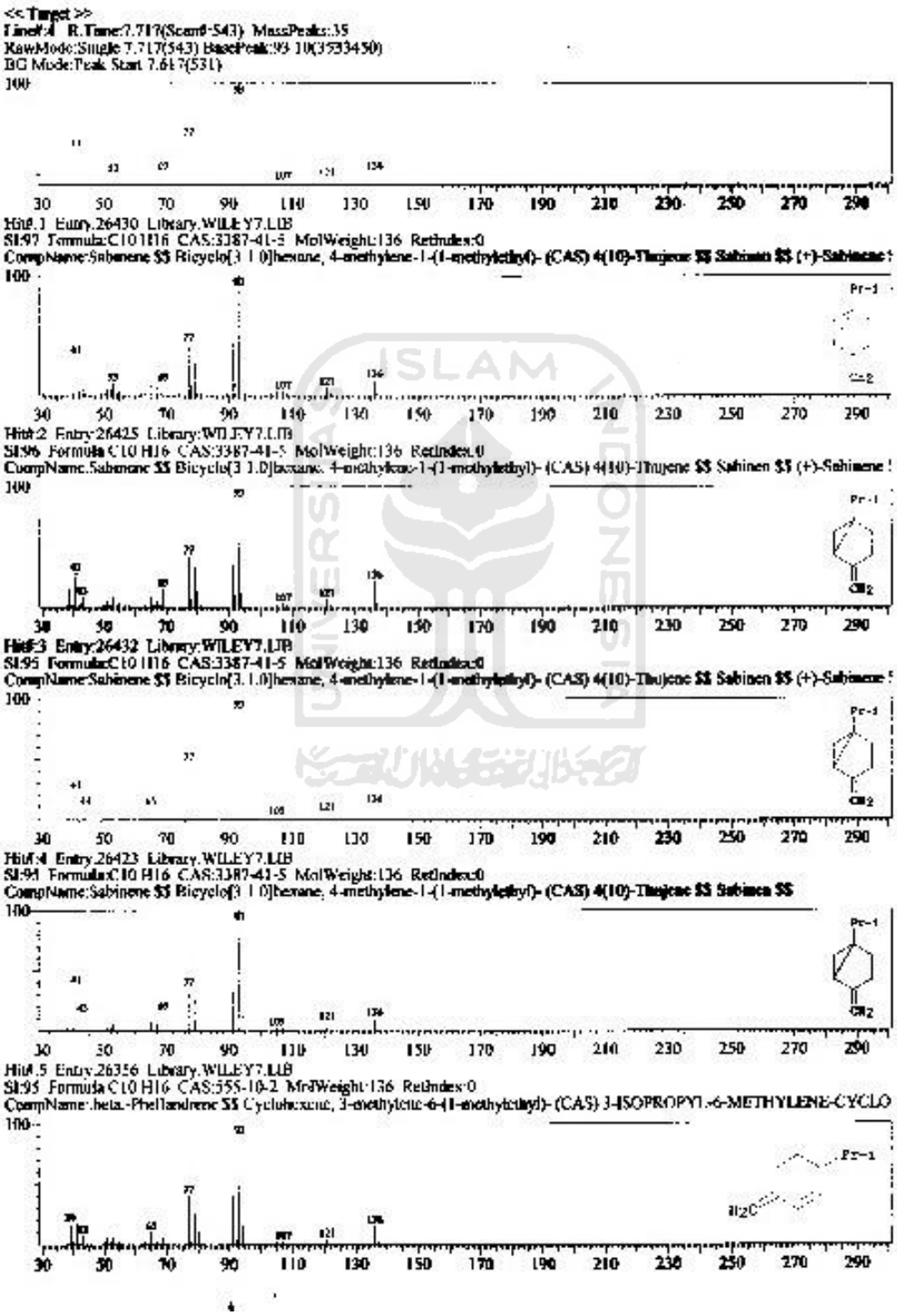
Lampiran 8

Spektra MS Alfa-pinen



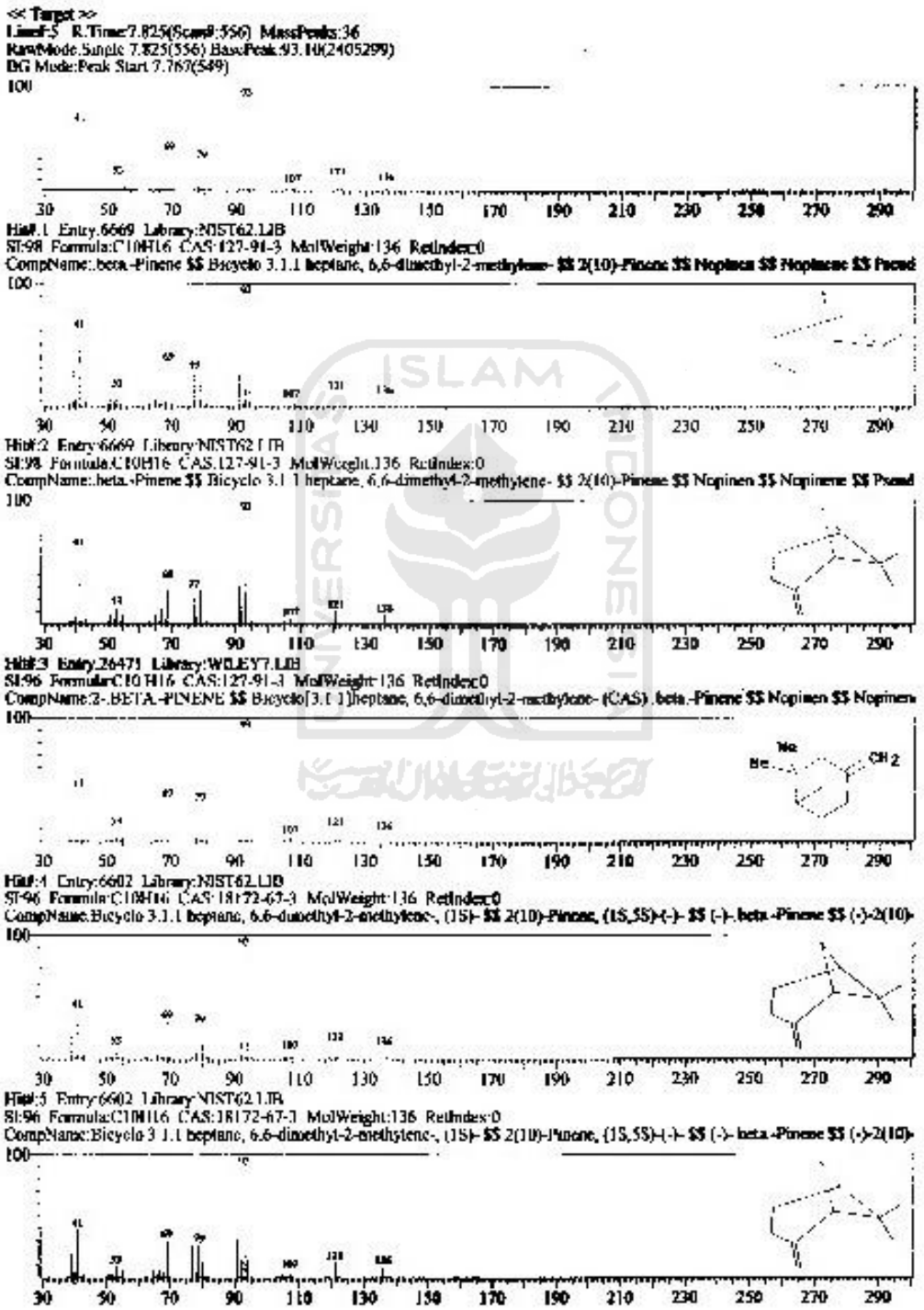
Lampiran 9

Spekta MS Sabinen



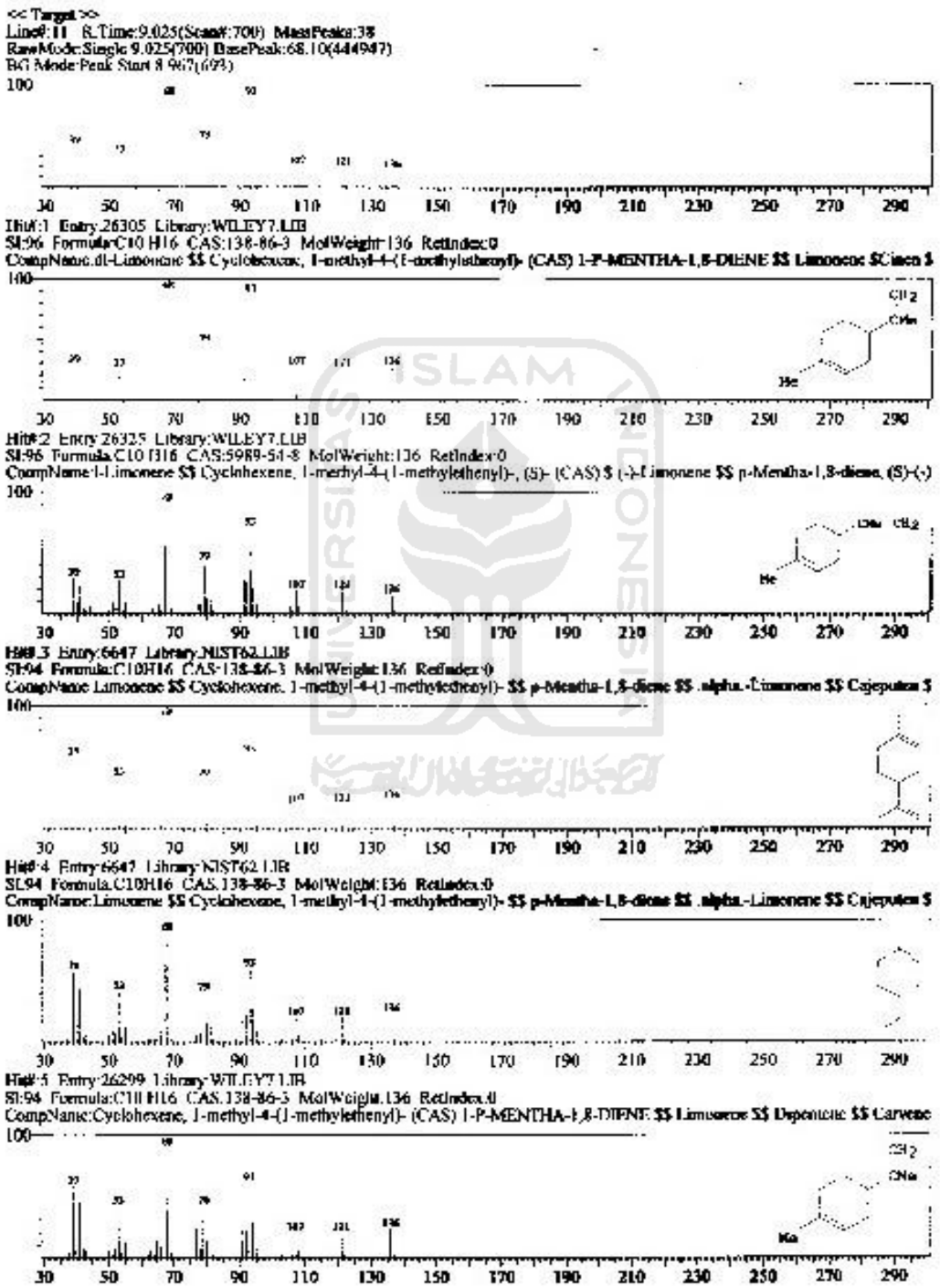
Lampiran 10

Spektra MS Bata-pinen



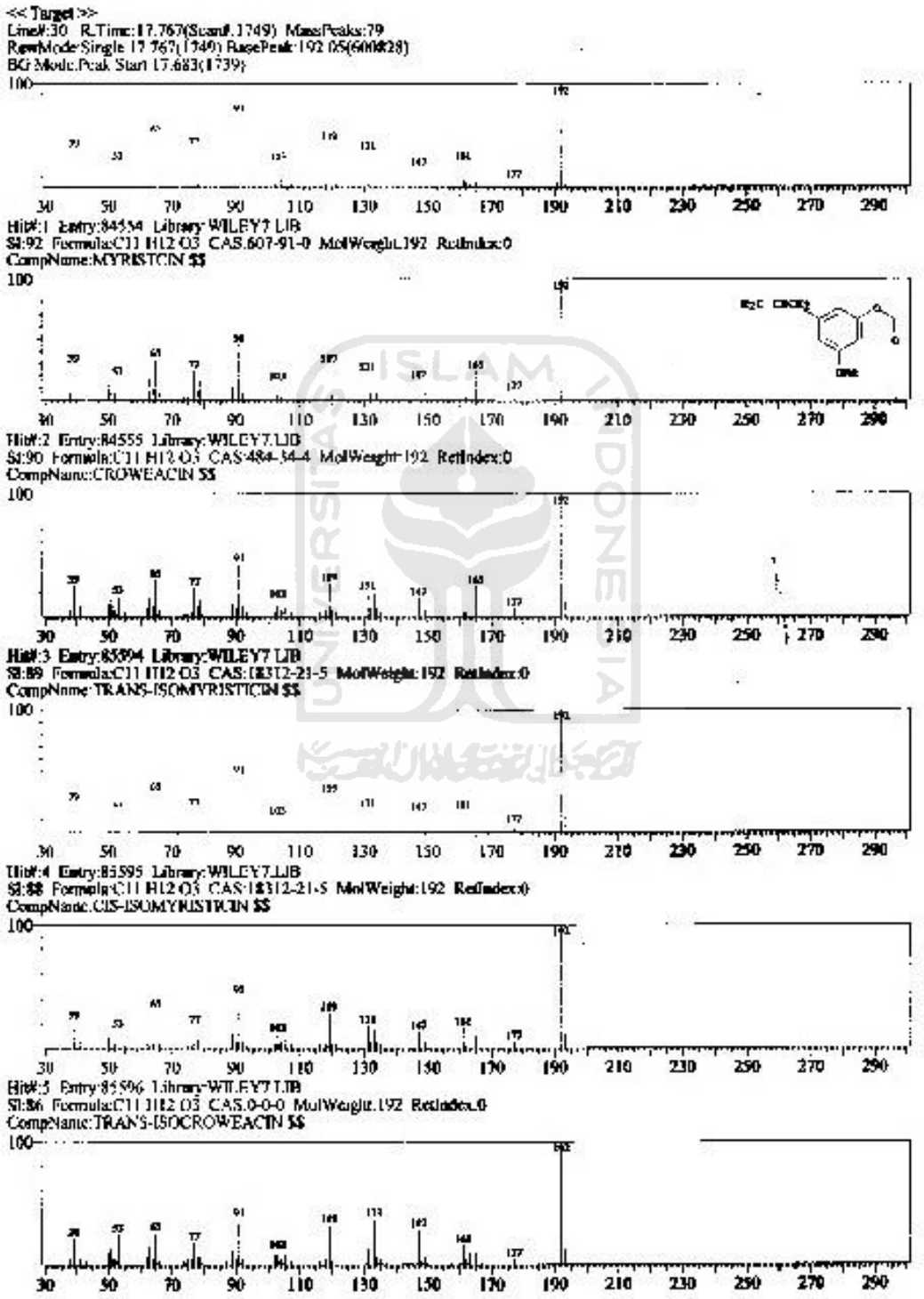
Lampiran 11

Spektra MS Limonen



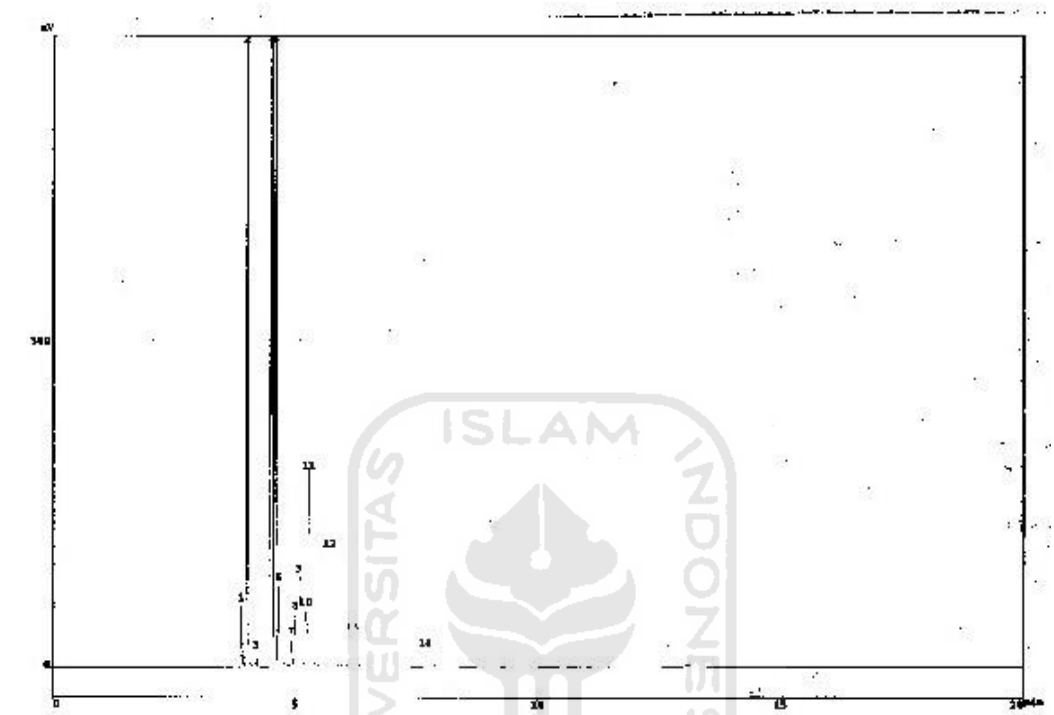
Lampiran 12

Spektra MS Miristisin



Lampiran 13

Kromatogram Hasil Distilasi Fraksinasi Fraksi 1

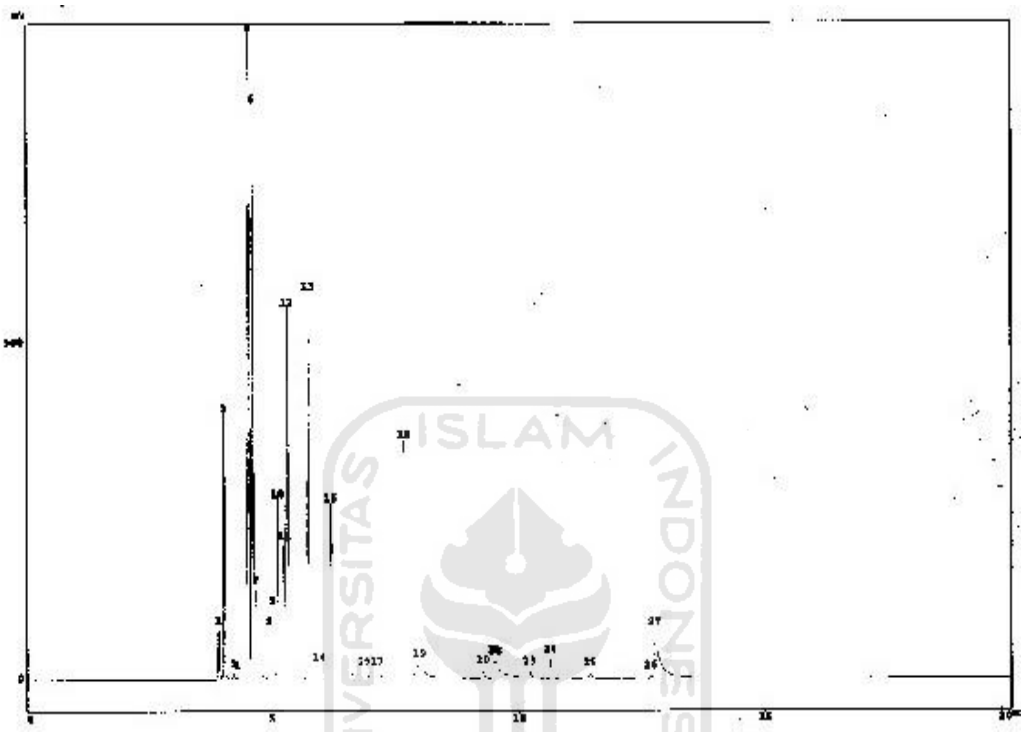


*** peak report ***

PEAK	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	3.498	374582	96450	1.8533
2	3.915	1772897	3800840	19.2363
3	4.213	36845	17375	0.3781
4	4.515	1705137	1064373	29.1510
5	4.696	1891499	1062456	31.6914
6	4.969	907121	175715	5.3862
7	5.934	86156	59880	0.5374
8	5.008	151189	71306	1.5458
9	5.082	381547	140485	1.5590
10	5.334	160349	85656	1.7989
11	5.777	871221	302982	9.8741
12	5.759	406120	174772	4.4281
13	6.182	142936	45660	1.5411
14	9.693	195821	19936	1.3608
		8216815	4238355	100.0000

Lampiran 14

Kromatogram Hasil Distilasi Fraksinasi Fraksi 2



*** Peak Report ***

PEAK	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	3.906	134859	34460	1.1587
2	4.817	679974	497837	5.8686
3	4.990	21356	9135	0.1882
4	5.241	9867	4807	0.0763
5	5.525	21584488	10543555	11.5642
6	6.672	1601312	888309	13.7687
7	6.674	915763	132429	1.8271
8	6.945	191459	15921	1.2018
9	7.013	254898	101808	1.6221
10	7.102	314510	286348	4.3894
11	7.234	420017	198252	3.1386
12	7.287	3722016	555252	14.3480
13	7.353	1304425	569858	10.0373
14	7.933	109458	15699	0.8108
15	8.182	586570	258330	4.5171
16	8.469	48386	8376	0.3742
17	9.113	26471	6348	0.2318
18	9.658	1150823	352314	9.4850
19	9.983	257589	17777	1.9129
20	9.968	96839	10915	0.7150
21	9.987	67142	25595	0.5592
22	8.533	132102	25397	1.0699
23	10.216	25837	8545	0.1910
24	10.666	49675	28374	0.5721
25	11.448	13405	6669	0.1533
26	11.698	7653	2915	0.0649
27	11.767	481813	67188	4.0142
		12084284	5247114	100.0000

Lampiran 15

Kromatogram Hasil Distilasi Fraksinasi Fraksi 3



*** Peak Report ***

PEAK	TIME	AREA	HEIGHT	CONC
1	1.898	14018	6558	0.1484
2	4.301	79883	41282	0.8858
3	4.453	144511	74653	1.7382
4	4.565	131651	81410	3.6593
5	4.826	34431	20171	0.2955
6	5.040	19029	5878	0.1583
7	5.185	54410	31160	0.6431
8	5.325	57861	38498	0.6961
9	5.367	183851	87251	2.2174
10	5.709	133820	46006	1.7915
11	6.182	75320	32171	0.9399
12	6.857	11986	13178	0.4685
13	7.311	12135	9157	0.1466
14	7.634	1258159	383679	15.0016
15	7.916	305416	37500	3.6617
16	9.130	55256	33529	0.6603
17	9.432	525451	143529	6.1838
18	9.595	194700	42878	2.3358
19	10.157	83401	16490	0.9753
20	10.826	257355	65440	3.0116
21	11.415	63306	27862	0.7589
22	11.946	94776	14526	1.1363
23	12.157	16862	5404	0.2023
24	12.422	33734	11069	0.4047
25	12.612	41284	11349	0.4953
26	12.815	4376485	911122	51.4873
27	13.182	94820	15950	1.1374
		8348371	2070475	100.0000