

**KAJIAN TERHADAP PELBAGAI TEKNIK PENGEKSTRAKAN MINYAK
PATI DARI TANAMAN NILAM (POGOSTEMON CABLIN BENTH)**



**IJAZAH SARJANA KEJURUTERAAN (KIMIA)
UNIVERSITI MALAYSIA PAHANG**

PENGAKUAN PENYELIA

Saya mengaku telah memeriksa tesis ini dan pada pendapat saya, tesis ini memuaskan dan mencukupi dari segi skop dan kualiti untuk penganugerahan Ijazah Sarjana Kejuruteraan (Kimia).

Tandatangan :
Nama Penyelia : Prof. Dato' Dr. Rosli bin Mohd Yunus
Jawatan : Professor / Timbalan Naib Canselor (Penyelidikan & Inovasi),
UNIVERSITI MALAYSIA PAHANG
Tarikh : 21 Disember 2011



UMP

**KAJIAN TERHADAP PELBAGAI TEKNIK PENGEKSTRAKAN MINYAK
PATI DARI TANAMAN NILAM (POGOSTEMON CABLIN BENTH)**



DISEMBER 2011

PENGAKUAN PELAJAR

Saya mengaku bahawa tesis ini adalah hasil kerja saya sendiri kecuali petikan – petikan atau rumusan – rumusan yang mana telah diberi penghargaan. Tesis ini tidak pernah diterima untuk sebarang ijazah dan belum pernah dihantar untuk sebarang penganugerahan ijazah lain.

Tandatangan :
Nama : Asdarina binti Yahya
No Matrik : MKC 07006
Tarikh : 21 Disember 2011



UMP



Dengan Nama Allah Yang Maha Pemurah Lagi Maha Penyayang

Saya dedikasikan tesis ini khas buat:

*Ibu, Puan Mek Yah binti Ibrahim,
Ayah, Encik Yahya bin Khalil,
Dan Keluarga Tersayang*

UMP

PENGHARGAAN

Pertama sekali, syukur ke hadrat Ilahi kerana dengan keizinan-Nya saya berjaya menyiapkan tesis ini dengan penuh kesabaran dan ketekunan.

Saya ingin merakamkan jutaan terima kasih yang tidak terhingga kepada penyelia saya, Professor Dato' Dr. Rosli Bin Mohd Yunus atas peluang, kepercayaan dan bantuan yang diberikan kepada saya dalam membantu saya menyiapkan tesis ini. Selain daripada itu juga, sokongan awal daripada Puan Mazni binti Ismail dan Puan Suriyati binti Saleh dalam membimbing saya dan memberi tunjuk ajar serta sokongan moral tidak dapat saya lupakan.

Saya juga ingin mengucapkan sekalung penghargaan kepada pensyarah – pensyarah dan staf Universiti Malaysia Pahang terutamanya kepada Prof. Dr Mashitah binti Mohd Yusoff, Prof. Madya Nordin bin Endut, Prof. Madya Dr Mimi Sakinah binti Abdul Munaim, Encik Anwaruddin bin Hisham, Encik Zainal bin Gimban, Puan Norhafizah Ramli atas tunjuk ajar dalam membantu percambahan idea dan perkongsian ilmu pengetahuan dari segi pengalaman dan kepakaran dalam menggunakan peralatan serta perisian sehingga selesainya kajian saya ini.

Saya juga ingin merakamkan sejuta penghargaan kepada rakan – rakan yang turut sama – sama berjuang dalam menyiapkan pengajian di peringkat sarjana ini. Tidak dilupa juga keluarga yang tersayang kerana tidak pernah putus asa memberi sokongan penuh kepada saya. Tanpa bantuan dari kalian semua, tesis ini mungkin tidak berjaya disiapkan pada masanya.

Syukur Alhamdulillah.

ABSTRAK

Nilam adalah tumbuhan hutan semula jadi yang mengandungi pati minyak wangian yang amat berharga dan mendapat permintaan yang tinggi terutama di dalam industri penghasilan minyak wangi, kosmetik dan perubatan alternatif. Pengekstrakan minyak pati nilam sehingga ke hari ini masih lagi dilakukan secara tradisional, dan kurang mementingkan peningkatan hasil ekstrak, kualiti serta pengoptimuman parameter-parameter yang mengawal keberkesanan proses yang digunakan. Kajian ini dilakukan untuk membangunkan kaedah pengekstrakan minyak pati nilam yang terbaik, yang dapat memberikan hasil yang optimum dengan kualiti terbaik di samping dapat memendekkan masa pengekstrakan. Di samping itu, kajian juga dilakukan untuk mengkaji kesan penyediaan sampel dan masa pengekstrakan terhadap produktiviti sistem yang digunakan. Tiga kaedah pengekstrakan dan tiga jenis sampel telah dikaji, iaitu penyulingan hidro, penyulingan stim dan kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro, dan jenis sampel asal, potong dan kisar, masing-masing. Hasil kajian menunjukkan bahawa penyulingan stim merupakan kaedah yang terbaik bagi pengekstrakan minyak nilam, dan penggunaan sampel potong dengan masa pengekstrakan selama enam jam memberikan hasil minyak yang paling tinggi iaitu sebanyak 2.72%. Analisis GC-MS membuktikan bahawa kesemua kaedah pengekstrakan yang dikaji dalam penyelidikan ini memberikan hasil ekstrak yang menepati kualiti minyak pati nilam di pasaran. Pengoptimuman proses pengekstrakan ini dengan menggunakan kaedah *Response Surface Methodology* (RSM) mendapati bahawa sistem ini boleh diwakili oleh model linear. Dari model ini, eksperimen telah dijalankan pada keadaan operasi maksima, dan hasil ekstrak menunjukkan perolehan minyak nilam ialah sebanyak 2.82%, iaitu 3.67% lebih tinggi berbanding hasil minyak yang diperolehi sebelum proses penentuan nilai maksima ini dilakukan.

ABSTRACT

Patchouli is a natural forest crop which contains essential oil of high value and with overwhelmed demand especially from the perfumery, cosmetics, and alternative medicines industry. The extraction of patchouli oil is still conducted via traditional method, with less emphasis on increasing the efficiency of the system, quality and optimizing the operating condition so as to operate the system efficiently. This study focused on developing the most effective method of extracting patchouli oil which able to produce the highest yield the shortest period of time. In addition, study was also conducted to examine the method of sample preparation and the effect of extraction time on the effectiveness of the system. Three methods of extraction and three types of sample were investigated, namely hydro distillation, steam distillation and combination of ultrasonic pretreatment with hydro distillation, with original or unaltered sample, cut sample, and ground sample, respectively. The outcome of the research revealed that steam distillation is a superior method of extracting patchouli oil, compared to the other two methods, and the usage of cut sample with extraction time of six hours produced the highest yield at 2.72%. Analysis via GC-MS showed that all methods of extraction examined in this study produced patchouli oil with quality surpassed the minimum requirement of commercial patchouli oil in the market. Optimization via application of Response Surface Methodology showed that the system can be represented by a linear model. From the model, experiment was conducted in accordance with the suggested maximum operating conditions, and the extraction yield was increased to 2.82%, which is 3.67% higher than the yield before the system was maximized.

ISI KANDUNGAN

	MUKA SURAT
PERKARA	
PENGAKUAN PELAJAR	ii
DEDIKASI	iii
PENGHARGAAN	iv
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
ISI KANDUNGAN	vii
SENARAI JURNAL, PERSIDANGAN DAN PENERBITAN	xii
SENARAI JADUAL	xiii
SENARAI GAMBAR	xv
SENARAI RAJAH	xvii
SENARAI SIMBOL	xviii
SENARAI SINGKATAN	xix
BAB 1 PENGENALAN	
1.1 Pendahuluan	1
1.2 Kenyataan Masalah	5
1.3 Objektif Kajian	6
1.4 Skop Kajian	6
1.5 Kepentingan Kajian	7
1.6 Garis Panduan Kajian	7
BAB 2 KAJIAN LITERATUR	
2.1 Pengenalan	9

2.2	Minyak Pati	9
2.2.1	Pengenalan	9
2.2.2	Sejarah Minyak Pati	11
2.2.3	Sifat Minyak Pati	13
2.2.3.1	Sifat Kimia Minyak Pati	13
2.2.3.2	Sifat – Sifat Fizikal	16
2.2.4	Fungsi Minyak Pati	17
2.2.5	Jenis Minyak Pati	18
2.3	Herba Nilam	20
2.3.1	Jenis – jenis Tumbuhan Nilam	23
2.3.2	Perkembangan Teknologi Penggunaan Minyak Nilam	25
2.3.2.1	Industri Minyak Wangi.	26
2.3.2.2	Industri sabun dan kosmetik	27
2.3.2.3	Anti serangga atau pestisid.	27
2.3.2.4	Kegunaan Lain	28
2.3.3	Perkembangan Teknologi Pemanfaatan Sisa Buangan	29
2.3.3.1	Aromaterapi	29
2.3.3.2	Ubat Nyamuk Bakar	29
2.3.3.3	Kegunaan Lain	29
2.4	Kualiti Minyak Nilam	30
2.5	Teknik – Teknik Pengekstrakan	31
2.5.1	Teknik Penyulingan Hidro	35
2.5.2	Teknik Penyulingan Stim	37
2.6	Ultrasonik	39
2.6.1	Aplikasi Ultrasonik	41
2.7	Design of Experiment (DOE)	42
2.7.1	Asas-asas Rekabentuk Eksperimen	43

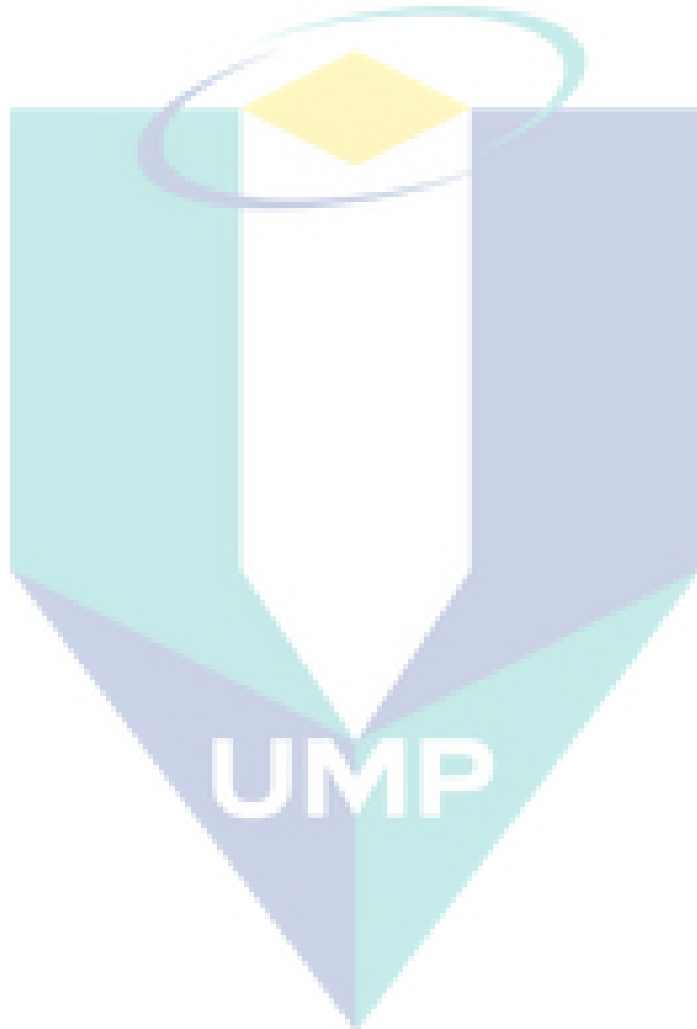
2.7.2	Kaedah Permukaan Gerak Balas (RSM)	43
2.7.3	Menyekat Rekabentuk Eksperimen	43
2.8	Ringkasan Bab	45

BAB 3 BAHAN DAN KAEDAH KAJIAN

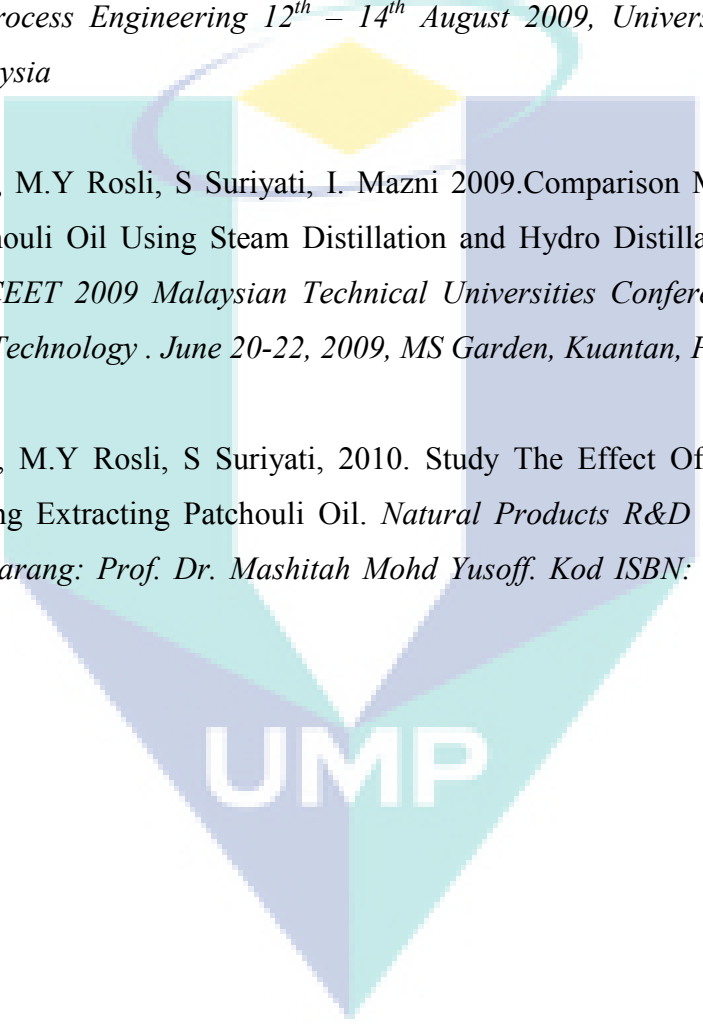
3.1	Pendahuluan	46
3.2	Persiapan Nilam Kering	46
3.3	Persediaan Sampel	47
3.4	Proses Penyelidikan Keseluruhan	50
3.5	Penyulingan Stim	51
3.6	Penyulingan Hidro	53
3.7	Prarawatan Ultrasonik	55
3.7.1	Masa Prarawatan Ultrasonik	56
3.7.2	Nisbah Sampel terhadap Air	56
3.8	Kombinasi Prarawatan Ultrasonik serta Penyulingan Hidro dan Penyulingan Stim	56
3.9	Pengumpulan Data	60
3.10	Analisis Dengan Kromatografi Gas Spektrometer Jisim (GC-MS)	60
3.11	Proses Keseluruhan Pengekstrakan Minyak Pati Nilam	62
3.12	<i>Design Of Experiments (DOE)</i>	64
3.12.1	Fasa 1: Pengumpulan Data Awal	66
3.12.2	Fasa 2: Membuat Jadual Design	66
3.12.3	Tahap 3: Percubaan Rekabentuk Yang Terhasil	67
3.12.4	Tahap 4: Analisis	67
3.12.5	Tahap 5: Validasi atau Pengesahan Model	67

BAB 4 KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

4.1	Pendahuluan	68
4.2	Kesan Penyediaan Sampel dan Masa Pengekstrakan Terhadap Pengeluaran Minyak Pati Nilam	69
4.2.1	Penyulingan Hidro	70
4.2.2	Penyulingan Stim	74
4.2.3	Kombinasi Prarawatan Ultrasonik Serta Penyulingan Hidro	78
4.2.4	Kombinasi Prarawatan Ultrasonik Serta Penyulingan Stim	85
4.3	Analisis Minyak Nilam Menggunakan Kromatografi Gas - Spektrometer Jisim (GCMS)	85
4.3.1	Penyulingan Stim	90
4.3.2	Penyulingan Hidro	94
4.3.3	Kombinasi Prarawatan Ultrasonik Serta Penyulingan Hidro	97
4.4	Design of Experiment, DOE	100
4.4.1	Rekabentuk Kajian	100
4.4.2	Rekabentuk Jadual Percubaan Pengekstrakan Minyak Nilam Menggunakan Respond Surface Methodology (RSM)	102
4.4.3	Semakan Kecukupan Model(Model Adequacy Check)	105
BAB 5 KESIMPULAN DAN CADANGAN		
5.1	Kesimpulan	113
5.2	Cadangan	114
RUJUKAN		116
LAMPIRAN		
A	Pengekstrakan Minyak Nilam	124
B	Analisis Minyak Nilam Menggunakan GC-MS	131



SENARAI JOURNAL, PERSIDANGAN DAN PENERBITAN

- Y. Asdarina, M.Y Rosli, S Suriyati, 2009. Chemical Composition in Patchouli Oil During Steam Distillation. *3rd International Conference On Chemical & Bioprocess Engineering 12th – 14th August 2009, Universiti Malaysia Sabah, Malaysia*
- Y. Asdarina, M.Y Rosli, S Suriyati, I. Mazni 2009. Comparison Method of Extracting Patchouli Oil Using Steam Distillation and Hydro Distillation. *Proceedings of MUCEET 2009 Malaysian Technical Universities Conference on Engineering and Technology . June 20-22, 2009, MS Garden, Kuantan, Pahang, Malaysia*
- Y. Asdarina, M.Y Rosli, S Suriyati, 2010. Study The Effect Of Sample Preparation During Extracting Patchouli Oil. *Natural Products R&D Leads From Nature. Pengarang: Prof. Dr. Mashitah Mohd Yusoff. Kod ISBN: ISBN 978-967-0120-04-1*
- 

SENARAI JADUAL

Jadual No	TAJUK	MUKA SURAT
2.1	Struktur Kimia Minyak Pati	13
2.2	Beberapa jenis tumbuhan minyak pati sebagai sumber aromaterapi	19
2.3	Syarat Mutu Minyak Nilam Berdasarkan ISO 3757:2002	31
3.1	Saiz persediaan sampel nilam	49
3.2	Jadual Gerak Kerja Penyulingan Stim	52
3.3	Jadual Gerak Kerja Penyulingan Hidro	54
3.4	Jadual gerak kerja kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro	57
3.5	Jadual gerak kerja kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan stim	58
4.1	Perbandingan terhadap sampel kasar selepas dua jam proses pengekstrakan	82
4.2	Perbandingan terhadap sampel asal selepas sepuluh jam proses pengekstrakan	84
4.3	Komponen terpenting dalam menentukan minyak pati nilam	86
4.4	Analisis keseluruhan pati minyak nilam dengan menggunakan GCMS	87
4.5	Kualiti tertinggi dalam pati minyak nilam	88
4.6	Analisis minyak nilam daripada sampel asal	92
4.7	Analisis minyak nilam daripada sampel potong	93

4.8	Analisis minyak nilam daripada sampel kasar	93
4.9	Analisis minyak nilam daripada sampel asal	95
4.10	Analisis minyak nilam daripada sampel potong	95
4.11	Analisis minyak nilam daripada sampel kasar	96
4.12	Analisis minyak nilam daripada sampel asal	98
4.13	Analisis minyak nilam daripada sampel potong	98
4.14	Analisis minyak nilam daripada sampel kasar	99
4.15	Minyak nilam yang diperoleh berdasarkan perubahan berat sampel nilam potong dengan berat nilam kering yang berbeza	102
4.16	Data awal yang diperlukan oleh RSM	102
4.17	Jadual response dari setiap eksperimen	103
4.18	Ringkasan Rekabentuk	104
4.19	Analisis ANOVA untuk model persamaan linear bagi pengekstrakan minyak nilam	106
4.20	Perbandingan antara nilai sebenar dan nilai ramalan	107
4.21	Analisis ANOVA untuk pengekstrakan minyak nilam	110
4.22	Perbandingan nilai minyak nilam yang diperolehi	112

SENARAI GAMBAR

Gambar No	TAJUK	MUKA SURAT
2.1	<i>Pogostemon Cablin Benth</i>	23
2.2	<i>Pogostemon. Heyneanus</i>	24
2.3	<i>Pogostemon. Hortensis</i>	25
2.4	Penyulingan Hidro	35
2.5	Penyulingan Stim	38
3.1	Sampel nilam asal	48
3.2	Sampel nilam potong	48
3.3	Sampel nilam kasar	49
3.4	Kromatografi Gas Spektrometer Jisim Kromatografi Gas (GC-MS) Agilent	62
4.1	Minyak nilam yang terhasil daripada sampel asal	91
4.2	Minyak nilam yang terhasil daripada sampel potong	91
4.3	Minyak nilam yang terhasil daripada sampel nilam kasar	92

SENARAI RAJAH

Rajah No	TAJUK	MUKA SURAT
3.1	Proses Gerak Kerja	51
3.2	Carta alir penyulingan stim	53
3.3	Carta alir penyulingan hidro	55
3.4	Proses kerja kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro dan penyulingan stim	59
3.5	Proses keseluruhan pengekstrakan minyak nilam	63
3.6	Aliran proses kerja DOE	65
4.1	Pengaruh masa pengekstrakan di dalam penyulingan hidro terhadap peratusan minyak nilam yang terhasil bagi pelbagai kaedah persediaan sampel	71
4.2	Pengaruh masa pengekstrakan di dalam penyulingan stim terhadap peratusan minyak nilam yang terhasil bagi pelbagai kaedah persediaan sampel	74
4.3	Pengaruh masa pengekstrakan di dalam kombinasi prarawatan ultrasonik dan penyulingan hidro terhadap peratusan minyak nilam yang terhasil bagi pelbagai kaedah persediaan sampel	79
4.4	Analisis minyak nilam menggunakan GC-MS	90
4.5	Data sebenar melawan data ramalan ANOVA	108
4.6	Graf taburan nilai ramalan melawan <i>residuals</i>	109
4.7	Visual 3- D bagi persamaan yang terbentuk menggunakan sistem ANOVA	111

SENARAI SIMBOL

<i>Mm</i>	Millimeter
<i>°C</i>	Darjah suhu
<i>Kg</i>	Kilogram
<i>%</i>	Peratus
<i>Cm</i>	Centimeter
<i>G</i>	Gram
<i>KW</i>	Kilowatt
μm	mikrometer
<i>Ml</i>	Mililiter
<i>kHz</i>	kiloHertz
<i>Hz</i>	Hertz
<i>MHz</i>	MegaHertz
μl	Mikroliter
<i>eV</i>	Elektron Volts
<i>Min</i>	minit

SENARAI SINGKATAN

<i>DOE</i>	Design of Experiment
<i>FELDA</i>	Lembaga Kemajuan Tanah Persekutuan
<i>FRIM</i>	Forest Research Institute Malaysia
<i>GC-MS</i>	Kromatografi Gas – Spektrometer Jisim
<i>ISO</i>	<i>International Organization for Standardization</i>
<i>MARDI</i>	Institut Penyelidikan dan Kemajuan Pertanian Malaysia
<i>MIDA</i>	Malaysian Industrial Development Authority
<i>RM</i>	Matawang Malaysia
<i>USD</i>	Matawang Amerika Syarikat



UMP

BAB SATU

PENGENALAN

1.1 PENDAHULUAN

Industri herba Malaysia dan produk berasaskan herba tempatan mempunyai potensi yang tinggi untuk berkembang kerana mempunyai ruang pasaran yang luas. Dianggarkan saiz pasaran minyak pati dunia ialah sebanyak USD 7.5 billion. Pada masa ini negara kita banyak bergantung kepada pengimportan minyak pati untuk kegunaan tempatan. Nilai import minyak pati ke Malaysia adalah sebanyak RM 200 juta setahun dan nilai permintaan tempatan untuk produk yang berasaskan minyak pati bagi tujuan kosmetik dan produk penjagaan diri dianggarkan sebanyak RM500 juta setahun. Justeru, industri herba Malaysia berpotensi untuk berkembang dengan lebih pesat lagi jika pengeluaran minyak pati berskala komersial dapat dibangunkan (Utusan Malaysia,2002 dan Mangun,2006).

Pada masa sekarang, kerajaan kita telah melancarkan kempen yang dipanggil 'Pertanian adalah Perniagaan'. Kerajaan Malaysia pada hari ini mahukan rakyatnya melibatkan diri dalam teknologi berasaskan tumbuhan. Pelbagai pihak turut terlibat dalam membantu merialisasikan hasrat kerajaan ini, antaranya MARDI, FELDA dan FRIM. Menurut MARDI, Malaysia memiliki sebanyak 7,000 spesies tanaman herba yang berkhasiat. Walau bagaimanapun, khasiat tanaman herba masih belum dapat dimanfaatkan sebaik mungkin. Banyak artikel mengenai cara penanaman herba telah dikeluarkan oleh kerajaan Malaysia menerusi Kementerian Pertanian dan Industri Asas Tani. Salah satu bidang pertanian yang diceburi oleh pihak kerajaan ialah industri herba.

Pelbagai kajian telah dilakukan termasuklah cara penanaman, kaedah pengeringan, dan cara penyimpanan (Zaliza,2008).

Menurut Pengarah Pusat Perkhidmatan Teknikal MARDI, Adinan Husin mengatakan bahawa tumbuhan yang dianggap komoditi baru pada masa depan itu terdiri daripada lidah buaya, hempedu bumi, pegaga, kunyit, serai wangi, tongkat ali, cekur, mengkudu, kemangi, misai kucing, dukung anak dan nilam. Sementara itu, Datuk Rohani Abdul Karim yang merupakan Timbalan Menteri Pertanian dan Industri Asas Tani berkata, daun nilam berpotensi besar untuk dikomersilkan sebagai bahan asas bagi menghasilkan pelbagai produk kesihatan, kecantikan dan minyak wangi. Oleh sebab inilah, kita perlu meningkatkan pengeluaran herba khususnya tanaman nilam. Kajian yang mantap perlu dijalankan untuk menentukan kaedah terbaik untuk mengekstrak minyak nilam bagi meningkatkan hasil keluaran yang lebih tinggi dalam masa yang lebih singkat(Utusan Malaysia,2001 dan Bernama,2009).

Nilam (*Pogostemon Cablin Benth*) adalah salah satu tanaman yang boleh menghasilkan minyak pati. Minyak pati nilam ini banyak sekali digunakan dalam industri kimia sebagai bahan farmasi. Bahan minyak nilam banyak digunakan sebagai bahan pengikat untuk industri minyak wangi. Industri herba di Malaysia mula mendapat perhatian dan pendedahan daripada pelbagai pihak termasuklah kerajaan Malaysia. Menurut MIDA (Malaysian Industrial Development Authority), kadar pertumbuhan tanaman herba di Malaysia telah meningkat daripada 15% kepada 20% dan mempunyai pasaran yang dianggarkan RM2 bilion. Sekarang ini, minyak pati dan oleoresin memperoleh permintaan tinggi sebagai ubatan herba kerana dapat mengatasi beberapa jenis penyakit. Oleh itu, jelas menunjukkan bahawa minyak pati nilam boleh menjadi nilai komersial kerana mempunyai peluang besar untuk diterokai dan dimajukan.

Dari segi kaedah pengekstrakan minyak nilam, kajian yang terperinci masih belum dilakukan. Pemahaman mekanisma untuk proses pengekstrakan minyak nilam adalah penting. Hal ini kerana dengan mengetahui pemboleh ubah – pemboleh ubah yang mengawal proses pengekstrakan, hasil pengeluaran minyak nilam boleh

ditingkatkan. Oleh yang demikian, kajian yang berterusan perlu dilakukan untuk mengoptimumkan hasil penyulingan minyak nilam ini (Seokartawi,1999). Hal ini akan membolehkan Malaysia mempunyai bekalan yang cukup untuk memenuhi keperluan pasaran pada masa akan datang.

Minyak nilam merupakan satu bahan aromatik yang berasal daripada tumbuhan. Minyak nilam banyak sekali digunakan dalam pembuatan wangian, agen antibakteria dan sebagai bahan perasa. Minyak nilam mewakili "pati aroma" daripada tanaman nilam yang diperolehi. Tumbuhan nilam adalah tumbuhan renek dengan batang yang kuat, daun yang berbulu serta berbau aromatik. Minyak aromatik ini boleh ditemui di pelbagai bahagian tanaman pokok nilam, termasuk daun, batang, cabang, dan akar. Nilam yang terbaik tumbuh dengan ketinggian 400 meter di atas permukaan laut dan memerlukan taburan hujan, 2500 - 3500 mm per tahun. Suhu yang sesuai adalah 22° hingga 28°C, dengan memperolehi banyak sinar matahari, dan juga dengan kadar kelembapan yang tinggi (Lutony dan Rahmayati,2002).

Minyak nilam menjadi rebutan di pasaran terbuka dengan pulangan yang lumayan dari RM600 bagi setiap kilogram. Hal ini kerana tidak ada bahan pengganti kimia yang boleh menggantikan minyak nilam secara sintetik. Selain itu, permintaan terhadap minyak nilam ini sangat tinggi di pasaran antarabangsa. Permintaan dunia sekarang terhadap minyak nilam mencapai 1500 tan setahun. Kepentingan minyak nilam telah terbukti dalam pelbagai sektor industri serta memberi manfaat untuk terus meningkatkan pengeluaran minyak nilam (Utusan Malaysia ,2002).

Tanaman nilam sekarang ini semakin popular dalam kalangan masyarakat Malaysia. Ramai petani mula menceburkan diri dengan tanaman ini. Pada masa sekarang, kualiti minyak nilam telah menyebabkan perbezaan harga di pasaran dunia. Menurut harga pasaran minyak pati, pada tahun 2011, harga terendah minyak nilam untuk 1 kg adalah RM 600 bergantung kepada kualitinya(Reza,2011).

Secara keseluruhannya proses minyak nilam ini merangkumi dari aktiviti pengeluaran tanaman, cara penuaian, cara pengeringan, kaedah pengekstrakan minyak pati, pembangunan produk berasaskan minyak pati serta cara pelupusan sisa bahan buangan daripada tanaman nilam. Industri herba tempatan telah berkembang dengan pesatnya sejak kebelakangan ini tetapi tidak seimbang. Untuk membangunkan industri herba tempatan, pembangunan menyeluruh mengenai industri herba nilam perlu dilaksanakan termasuk pembangunan pasaran dan penjenamaan (Basu,1997).

Pada masa sekarang, minyak pati nilam diekstrak dengan penyulingan stim. Setiap nilam kering mengandungi 2% hingga 3% minyak nilam. Penyulingan stim adalah proses penyulingan bahan tanaman dengan wap yang dihasilkan oleh dandang. Daun nilam ini diletakkan dalam bekas yang berlubang dibawahnya, dan akan membenarkan kemasukan stim yang dihasilkan oleh dandang. Penyulingan stim adalah kaedah yang paling ekonomi untuk mengekstrak minyak pati daripada tumbuhan. Hal ini kerana kaedah ini menggunakan peralatan yang ringkas, mudah diperolehi, dan menggunakan keperluan tenaga kerja yang lebih rendah. Penyulingan stim menghasilkan hasil minyak yang lebih tinggi berbanding dengan penyulingan hidro. Namun demikian, perlu ada penambahbaikan dalam membantu meningkatkan lagi kadar penghasilan minyak nilam melalui beberapa pengubahsuaian pada kaedah penyulingan stim yang sedia ada(Santoso,1990).

Permintaan terhadap minyak nilam tidak pernah berhenti dan sentiasa meningkat. Hal ini dijangkakan akan menyebabkan bahawa harga minyak nilam akan terus meningkat pada masa depan kerana tingginya permintaan terhadap minyak nilam di seluruh dunia. Selain itu juga pelbagai penemuan baru dalam penggunaan minyak nilam ini telah membuka mata masyarakat untuk membeli barangan berasaskan semula jadi dan tidak mengandungi bahan kimia. Hal ini juga membuktikan bahawa penggunaan minyak nilam itu sendiri sangat meluas.

1.2 KENYATAAN MASALAH

Kajian yang telah dilakukan oleh Singh(2006), Clevenger(1928) dan Supawan (2006) yang mana menunjukkan bahawa minyak nilam boleh diekstrak dengan menggunakan kaedah penyulingan hidro. Selain kaedah penyulingan hidro, kaedah penyulingan stim juga turut digunakan(Fabienne(2006), Bauer(1997) dan Robbins(1983)). Kualiti minyak nilam yang dihasilkan menerusi kaedah penyulingan hidro dan stim adalah berkualiti rendah lalu menyebabkan harga minyak nilam turun. Harga minyak nilam adalah mahal sekiranya kualiti minyak nilam yang dihasilkan adalah melebihi 30% kandungan alkohol nilam (Nazaruddin,1993 dan Sudaryani,1998).

Penggunaan ultrasonik dalam pengekstrakan tanaman herba masih lagi baru dan belum lagi diterokai sepenuhnya. Terdapat kajian yang mana menggunakan konsep ultrasonik dalam pengekstrakan gaharu. Kaedah ini banyak membantu dalam mempercepat masa pengekstrakan dan boleh meningkatkan kualiti minyak yang dihasilkan. Buat masa sekarang, tiada lagi kajian yang menggunakan ultrasonik dalam pengekstrakan herba nilam.

Kebiasaannya dalam kajian terdahulu, para penyelidik hanya mengkaji perbezaan spesis nilam dalam menentukan kuantiti minyak nilam terhasil. Ada kajian yang telah mengkaji keberkesanan kaedah penyulingan dengan cara menyuling minyak nilam daripada daunnya sahaja. Ada juga kajian yang menggunakan batang tanaman nilam dalam mengekstrak minyak nilam dan menggunakan keseluruhan tumbuhan dalam proses penyulingan itu. Di samping itu, ada juga membandingkan tumbuhan nilam sebelum dan selepas pengeringan dalam menentukan kuantiti minyak nilam yang terhasil. Namun, tiada lagi kajian yang menggunakan perbezaan persediaan sampel tumbuhan nilam yang diperolehi daripada kaedah pengeringan terhadap kuantiti minyak nilam yang terhasil. Hal ini telah menyebabkan tindakan selanjutnya perlu dilakukan menerusi kajian ini dan faktor persediaan sampel telah menjadi satu parameter penting (Sudaryani,1998).

Dalam kajian ini lebih memfokuskan dengan menggunakan sumber tumbuhan nilam kering yang diperolehi daripada syarikat Nilam Suling Sdn Bhd yang terletak di Miri, Sarawak. Ladang ini telah menghasilkan pengeluaran minyak nilam yang tersendiri dengan menggunakan kaedah penyulingan stim. Namun begitu, kualiti minyak yang dihasilkan sebanyak 25% kandungan alkohol nilam tidak menepati standard bagi pasaran eksport iaitu sebanyak 30%. Atas dasar inilah, kajian ini dilakukan.

1.3 OBJEKTIF

Objektif kajian ini adalah untuk mengkaji kaedah pengekstrakan terbaik yang dapat memberikan hasil minyak nilam yang optimum dengan kualiti terbaik di samping dapat memendekkan masa pengekstrakan

1.4 SKOP KAJIAN

Bagi mencapai objektif kajian, beberapa skop telah ditumpukan terhadap perkara – perkara berikut:

1. Untuk membandingkan kaedah pengekstrakan minyak nilam melalui cara penyulingan stim, penyulingan hidro dan kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro dan penyulingan stim. Hasil kajian ini akan dapat menentukan kaedah terbaik pengekstrakan minyak nilam.
2. Untuk mengkaji pengaruh saiz sampel terhadap peratusan hasil minyak nilam yang terekstrak.
3. Untuk menetapkan masa pengekstrakan yang optimum berdasarkan kaedah pengekstrakan terbaik.
4. Untuk menganalisa kualiti minyak nilam terhasil dari ketiga – tiga kaedah pengekstrakan minyak nilam menerusi GC-MS.

5. Untuk mengkaji parameter yang memaksimumkan proses pengekstrakan dengan menggunakan kaedah RSM yang terdapat dalam perisian DOE (*Design of Experiment*).

1.5 KEPENTINGAN KAJIAN

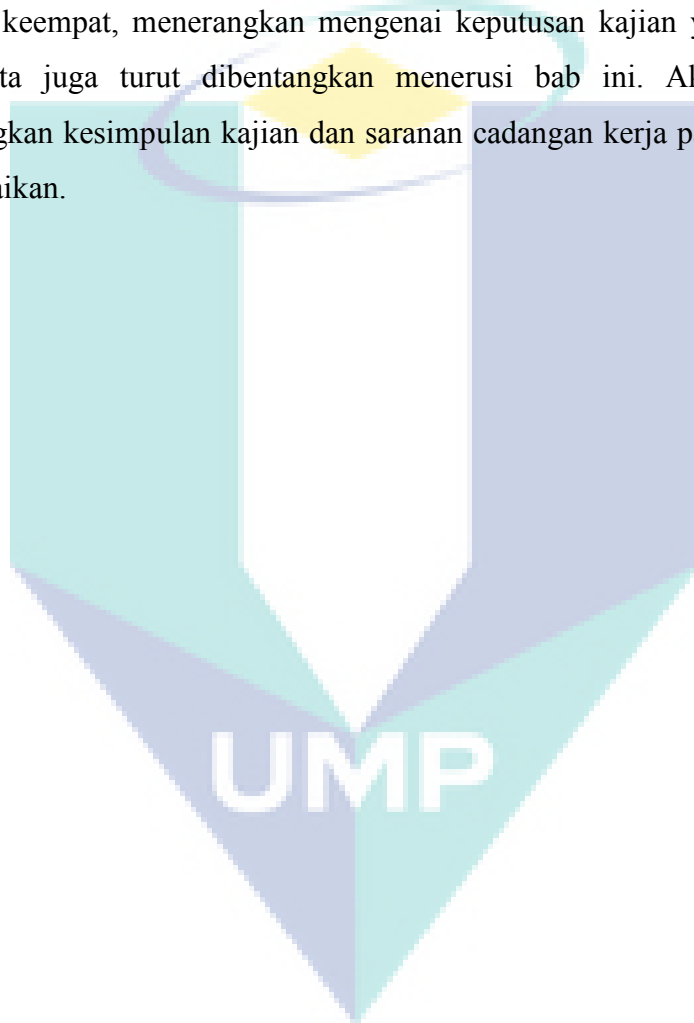
Kajian ini dijalankan adalah untuk menentukan kaedah pengekstrakan terbaik dalam meningkatkan kuantiti minyak nilam yang dihasilkan. Persediaan sampel yang terbaik juga akan ditentukan menerusi kajian ini di samping masa yang paling optimum dalam menyuling minyak nilam serta boleh menjimatkan masa. Apabila saiz bahan yang sesuai telah dikenalpasti, masa yang terbaik untuk mengekstrak minyak nilam diketahui dan juga kaedah terbaik dalam mengekstrak minyak nilam telah dibuktikan, perisian RSM digunakan bagi mengetahui keadaan parameter terbaik untuk proses pengekstrakan bagi menghasilkan kuantiti minyak yang terbanyak dalam masa yang singkat. Sekiranya semua parameter yang telah di tentukan ini dikaji dan menghasilkan satu keputusan yang tepat, ini akan membantu dalam industri pengekstrakan minyak nilam. Kajian ini dilakukan dengan tujuan untuk membantu para usahawan nilam dalam meningkatkan produktiviti minyak nilam. Hasil kajian ini diharapkan dapat dijadikan panduan dalam industri penyulingan herba. Dengan mengetahui kaedah penyulingan terbaik dan persediaan sampel yang paling optimum, hasil minyak nilam dapat ditingkatkan. Di samping itu juga, kualiti minyak nilam boleh dihasilkan mengikut keperluan yang diinginkan.

1.6 GARIS PANDUAN KAJIAN

Penulisan dan susunatur tesis telah disusun bagi mencerminkan tesis yang teratur. Tesis ini mengandungi lima bab dan setiap satu bab mempunyai tujuan yang tertentu. Menerusi bab pertama dibincangkan mengenai pengenalan tentang latar belakang kajian penyelidikan, objektif kajian, dan skop kajian.

Bab kedua membentangkan hasil kajian keperpustakaan. Dalam bab ini juga semua hasil penyelidikan terdahulu dibaca, difahami dan dianalisis sebelum kajian ini dibuat. Hal ini adalah penting bagi membantu proses penyelidikan. Manakala bab ketiga mengandungi bahan-bahan dan kaedah-kaedah penyelidikan yang mana dirangka bagi memenuhi objektif dan skop kajian.

Bab keempat, menerangkan mengenai keputusan kajian yang telah dijalankan. Analisis data juga turut dibentangkan menerusi bab ini. Akhir sekali bab lima membentangkan kesimpulan kajian dan saranan cadangan kerja pada masa depan untuk penambahbaikan.



BAB DUA

KAJIAN LITERATUR

2.1 PENGENALAN

Kajian literatur menyediakan satu panduan berguna dan sokongan yang kuat bagi satu topik khusus. Bab ini menerangkan setiap bahagian secara lebih terperinci mengenai minyak pati, industri herba, tumbuhan nilam, kaedah pengekstrakan dan juga mekanisma analisa. Menerusi bab ini juga diterangkan hasil perbincangan daripada kerja-kerja penyelidikan sebelumnya.

2.2 MINYAK PATI

2.2.1 Pengenalan

Minyak pati ialah sejenis minyak yang mudah meruap dan beraroma yang boleh didapati daripada tumbuh-tumbuhan secara kaedah sulingan. Bahagian tumbuh-tumbuhan yang mengandungi minyak pati termasuklah bunga, buah, kulit, daun, biji, akar atau keseluruhan tumbuhan. Minyak pati biasanya digunakan dalam industri wangian dan kosmetik terutamanya bagi penghasilan minyak wangi, penyegar udara, bahan cucian, mandian, aromaterapi, minyakurut, dan sebagainya. Minyak pati juga berguna dalam industri makanan sebagai bahan perisa dan bauan seperti minyak pudina di dalam pembuatan gula-gula, minyak cengkih dan kayu manis di dalam minuman ringan. Selain itu, minyak pati digunakan dalam pengeluaran bahan kawalan serangga,

antiseptik, anti kulat dan pelbagai aplikasi dalam industri perubatan (Haagen-Smit, 1949).

Minyak pati adalah sejenis cecair, yang lebih tertumpu pada hidrofobik dan mengandungi sebatian aroma pati daripada tumbuhan herba. Bahan ini juga dikenali sebagai minyak asas, atau hanya sebagai "minyak" daripada tumbuhan yang telah diekstrak, seperti minyak cengkih. Setiap minyak yang dihasilkan adalah penting kerana membawa sejenis aroma khas, atau esensial daripada tumbuhan. Setiap tumbuhan menghasilkan jenis minyak pati yang berbeza - beza. Minyak pati juga dikenali sebagai kelompok minyak yang tidak perlu memiliki sifat kimia yang khusus dan sama, serta menghasilkan wangian khas. Minyak pati tidak boleh disamakan dengan asid lemak esensial.

Minyak pati secara umumnya dihasilkan melalui proses penyulingan. Proses lain termasuk ekspresi, atau pengekstrakan menggunakan bahan pelarut. Penggunaan utama minyak pati ini biasanya dalam industri minyak wangi, kosmetik dan produk mandian. Minyak pati juga digunakan dalam agen pembuat bahan membersihkan rumah.

Berbagai- bagai jenis minyak pati telah digunakan dalam bidang perubatan untuk satu tempoh masa yang lama dan telah diakui oleh sejarah. Aplikasi dalam bidang perubatan yang telah dicadangkan adalah dengan menjual minyak ubat untuk rawatan kulit dan minyak pati ini boleh dijadikan ubat untuk merawat kanser. Minyak pati sering dikaitkan dengan sejarah penggunaan beberapa minyak untuk tujuan ini. Hal ini telah menuntutnya agar menjadi sebagai satu peraturan perubatan di sebahagian besar negara, dan telah berkembang dengan lebih jelas (Gildemeister, 1956).

Penggunaan bunga dalam penghasilan minyak esensial telah dilakukan semula dalam beberapa dekad terakhir, dengan mengambil kira populariti aromaterapi, sebuah cabang perubatan alternatif yang mendakwa bahawa aroma khas yang dibawa oleh minyak pati mempunyai kesan kuratif. Minyak adalah bahan yang mudah dicairkan dalam minyak pembawa yang lain dan digunakan dalam bidang urutan, mudah meruap

ke udara secara resapan atau dengan memanaskan di atas api lilin, atau dibakar(Gildemeister,1956).

Minyak pati boleh menyebabkan banyak kekeliruan kepada manusia. Hal ini kerana ianya tidak ada hubungan dengan produk-produk yang penting untuk manusia, walaupun minyak pati ini mempunyai banyak kegunaan dan membawa pelbagai aplikasi berdasarkan daripada pengalaman manusia. Istilah ini berasal daripada sari pati, yang bererti prinsip penting atau perwujudan suci daripada material, dan dalam konteks ini merujuk kepada aroma atau bau atau 'esensi' yang dihasilkan oleh beberapa jenis tanaman seperti rempah-ratus, tumbuh-tumbuhan dan penggunaan bunga yang banyak(Oyen,1999).

Minyak yang bersifat *volatil* (mudah meruap) adalah keterangan yang lebih jelas dan dari segi teknikal adalah sifat lebih tepat untuk minyak pati. Menurut definisi, minyak pati mampu meruap ke atmosfera dan dibantu oleh proses pendidihan di dalam air atau dengan penghantaran stim melalui minyak atau bahan baku yang bersifat aromatik(Gildemeister,1956).

2.2.2 Sejarah Minyak Pati

Pada awal sejarah, istilah minyak pati atau minyak asas yang ditakrifkan sebagai minyak yang diperolehi daripada kaedah penyulingan tanaman. Minyak pati yang juga disebut sebagai "*essensial*", tidak hanya berasal daripada bunga, tetapi daripada tumbuhan herba, tumbuhan semak, pohon-pohon dan pelbagai bahan tanaman yang lain (Shirley,1993).

Aromaterapi ialah penggunaan minyak tumbuh-tumbuhan termasuk minyak-minyak pati, untuk psikologikal dan kesejahteraan fizikal. Walaupun istilah aromaterapi tidak digunakan sehingga kurun ke-20, tetapi sejarah aromaterapi telah membuktikan penggunaan minyak pati ini. Penggunaan minyak-minyak pati dalam sejarah telah

dikenal pasti sejak 1000 tahun yang lalu (Robert, 1977);. Berikut menunjukkan sejarah minyak pati sejak dahulu lagi (Julia (1995); dan Lise (1999)).

1. Semasa abad ke-19, minyak wangi telah menjadi satu industri. Golongan wanita mewujudkan satu botol khas untuk minyak wangi bagi menghargai mereka yang menghasilkan barang kemas. Abad ke-19 juga adalah penting secara saintifik seperti kajian komponen - komponen utama minyak-minyak pati menjadi lebih terperinci.
2. Terdahulu pada abad ke-20, seorang ahli kimia Perancis, René-Maurice Gattefossé menjadi peminat dalam penggunaan minyak-minyak pati untuk perubatan masyarakat. Dahulu, dia lebih memfokuskan kepada penggunaan aromatik minyak pati, tetapi sekarang lebih mengenai kepentingannya dalam penggunaan perubatan selepas terlibat dalam satu kemalangan yang telah meningkatkan sifat ingin tahunya. Semasa bekerja, dia membakar lengannya dengan agak teruk. Dengan tindakan refleksi, dia memasukkan lengannya yang terbakar ke satu bekas besar minyak pati *lavender*. Tahap melecurnya amat sedikit dan telah mengurangkan penderitaan serta membantunya untuk sembuh dengan cepat dan tidak meninggalkan kesan parut. Gattefossé dikenali dengan penciptaan istilah aromaterapi pada 1928 dalam sebuah artikel dan dia menyokong penggunaan minyak pati dalam keseluruhan kehidupan manusia. Pada tahun 1937, Gattefossé menulis sebuah buku yang di panggil "*Aromathérapie: Les Huiles essentielles hormon-hormon végétales*" yang kemudian diterjemahkan ke dalam bahasa Inggeris berjudul "*Aromatherapy Gattefossé*".

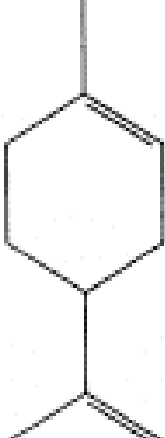
2.2.3 Sifat Minyak Pati

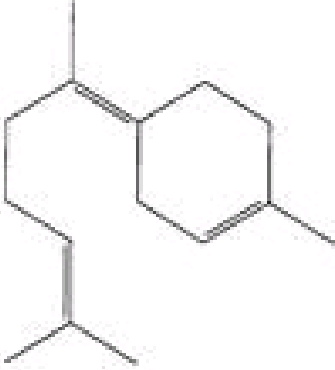
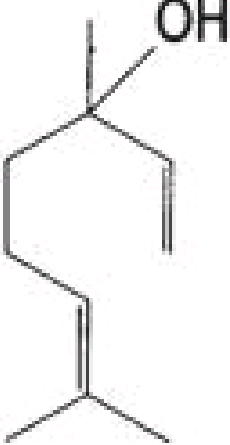
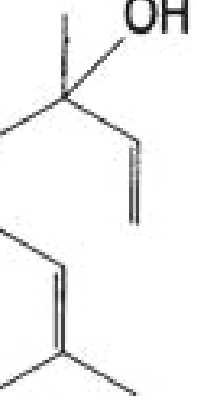
2.2.3.1 Sifat Kimia Minyak Pati

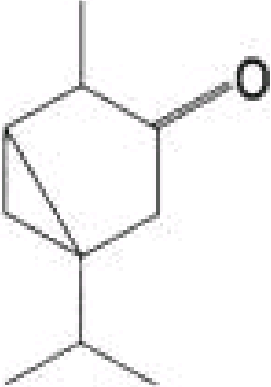
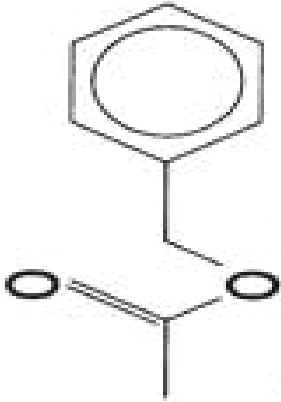
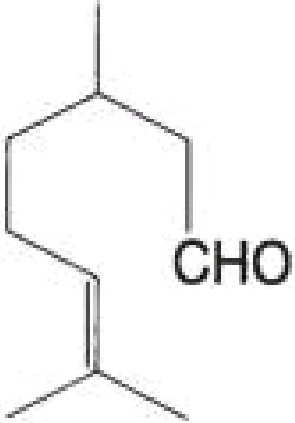
Minyak pati sangat kompleks dengan kehadiran sifatnya di dalam tanaman. Struktur molekulnya juga adalah kompleks. Struktur molekulnya terdiri daripada semua jenis atom, termasuk hidrogen, karbon, oksigen dan nitrogen. Meskipun terdiri daripada beberapa bahan kimia, setiap minyak esensial bertindak bersama-sama secara keseluruhan, merawat jangkitan atau membantu proses penyembuhan, berdasarkan kandungan bahan-bahan kimia yang dominan di dalamnya.

Minyak pati merupakan struktur yang kompleks untuk dipelajari. Namun begitu, dengan mempelajari dan memahami struktur kimia ini dapat membantu dengan menggunakan sifat kimia tersebut bagi tujuan perubatan atau terapeutik. Selain itu, apabila sudah diketahui sifat kimia minyak esensial, kita boleh mengetahui mengenai bahayanya serta sifat terapeutiknya. Hal ini akan membantu mereka yang mempunyai alergi terhadap bahan kimia tertentu. Di bawah ini adalah senarai bahan kimia yang biasa hadir dalam minyak pati ditunjukkan di dalam jadual 2.1 di bawah (Haagen-Smit(1949); Guenther(1949); Nor Azah, (2007) dan Battaglia (1995)).

Jadual 2.1: Struktur Kimia Minyak Pati

Nama	Struktur
Monoterperna	

Seskuiterpena	 <chem>CC1=CC=C2C(=C1)C=C(C)CC2</chem>
Phenol	 <chem>CC1=CC=C2C(=C1)C(O)CC2</chem>
Alkohol	 <chem>CC1=CC=C2C(=C1)C(O)CC2</chem>

Keton	
Eter / Ester	
Aldehyd	

Sumber: Haagen-Smit(1949) dan Guenther(1949)

Minyak pati atau minyak asar ini yang berbeza daripada minyak tetap, yang mana menurut definisi tidak volatile atau tidak mudah meruap dalam keadaan stim.

Minyak tetap biasanya terdiri daripada asid lemak dan contoh aplikasinya adalah termasuk minyak gorengan umum seperti minyak kelapa sawit, minyak bunga matahari, minyak jagung, dan juga beberapa minyak teknikal seperti minyak biji rami dan minyak jarak yang digunakan untuk keperluan teknikal atau industri, bukan untuk dimakan.

Minyak pati merupakan sifat zat yang mudah meruap dihasilkan daripada proses fizikal tanaman harum bagi spesies botani tunggal. Minyak ini dinamakan sempena nama tanaman yang dihasilkan seperti minyak mawar atau minyak pudina. Minyak tersebut disebut minyak pati kerana dianggap mewakili esensi daripada bau dan rasa tanaman itu yang diekstrak seperti yang dihasilkan daripada kacang dan juga bijirin. Sifat minyak pati tidak benar-benar berminyak. Beberapa minyak esensial yang cukup padat dan sebahagian besarnya agak berair. Minyak ini juga dikenali sebagai minyak pati, atau minyak esensial kerana sifatnya yang mudah meruap pada suhu bilik (Williams,1996).

Minyak pati memiliki prinsip-prinsip haruman yang ditemui di pelbagai bahagian tumbuhan. Minyak pati boleh didapati di dalam kulit tumbuhan, tanaman berbunga bahkan dalam daun tanaman. Minyak pati adalah minyak yang ditemui di dalam sel tanaman. Minyak ini boleh terbebas daripada dedaunan dan dihasilkan dengan menggunakan beberapa kaedah. Hal ini telah diterangkan dengan jelas oleh Wanger (1982) dan Bowless (1995).

2.2.3.2 Sifat - Sifat Fizikal

Kebanyakan tanaman boleh menghasilkan minyak pati yang penting dalam jumlah yang mencukupi. Bahan ini boleh lebih atau kurang kelikatannya dan sebahagian besarnya berair. Bahan ini mengandungi damar dan sering memiliki warna, yang berkisar di antara warna kuning ke warna hijau zamrud dan daripada warna biru menjadi warna merah gelap kecoklatan. Minyak pati yang tersebar dan penetrasi tinggi memberi kapasiti getaran yang tinggi. Oleh sebab itu, ia harus disimpan dalam bekas tertutup

rapat. Selain itu, minyak pati sangat sensitif terhadap haba dan cahaya, serta harus disimpan di tempat yang sejuk di dalam botol gelap.

Menurut Gildemeister(1956) lagi, setiap minyak pati yang dihasilkan perlu difahami akan ciri-ciri fizikal minyak pati tersebut supaya pembeli mendapat satu keupayaan lebih baik untuk memilih produk yang berkualiti, dan memberi pengguna satu kebolehan yang lebih besar untuk menggunakannya dengan berkesan dalam rawatan-rawatan. Sifat fizikal umum minyak pati adalah seperti berikut:

- i. Tidak larut di dalam air. Hal ini adalah penting terutamanya ketika menggunakan minyak-minyak pati dalam mandian.
- ii. Peka terhadap sinaran UV (ungu ultra) dari matahari.
- iii. Peka terhadap haba.
- iv. Mempunyai ciri bau yang tersendiri dan tertakluk kepada keadaan persekitaran serta untuk syarat pengekstrakan (melihat bau).
- v. Boleh bergabung dengan minyak-minyak pati lain tanpa menghilangkan ciri – ciri yang ada pada minyak tersebut. Gabungan satu minyak pati dengan yang lain akan meningkatkan atau membesarkan satu ciri khas.
- vi. Mempunyai sifat yang berbeza-beza. Beberapa jenis minyak cair dan berair seperti minyak *Lemon* atau *Lavender* manakala terdapat juga minyak bersifat pekat atau likat dan berminyak seperti *Patchouli* atau *Myrrh*.
- vii. Minyak ini boleh di adun dengan mudah ke dalam pembawa minyak dan sebatian – sebatian lain bagi menghasilkan satu sebatian baru.

2.2.4 Fungsi Minyak Pati

Fungsi minyak pati dalam tanaman tidak dapat difahami dengan baik. Bau bunga mungkin membantu dengan bertindak sebagai bahan penghalang untuk serangga tertentu. Minyak daun, minyak kayu, dan minyak akar dapat berfungsi untuk melindungi terhadap parasit tanaman atau haiwan. *Oleoresinous exudations* yang muncul ketika

batang pohon terluka mencegah kehilangan getah dan bertindak sebagai gel pelindung terhadap organisme parasit dan juga terhadap penyakit. Terdapat beberapa minyak pati yang terlibat dalam metabolisme tanaman, dan beberapa penyelidik berpendapat bahwa bahan-bahan ini hanya sisa produk daripada biosintesis tumbuhan (Guenther (1949), Nor Azah (2007) dan Battaglia (1995)).

Secara komersial, minyak pati yang dihasilkan telah digunakan dalam tiga cara utama iaitu sebagai aroma dalam kosmetik, wangian, sabun, detergen, dan produk industri pelbagai untuk makanan haiwan, cat, bahan perasa dalam barangan makanan seperti roti, gula-gula, daging, acar, minuman ringan, dan banyak produk makanan yang lain, serta juga digunakan sebagai ubat-ubatan yang dipaparkan dalam produk penjagaan kesihatan (Heyne, 1987).

Industri minyak pati pada tahap sekarang tidak terhad kepada pengeluaran dan pengedaran dan peningkatan kaedah kegunaan minyak pati. Tetapi lebih menjerumus untuk pembangunan, pengeluaran dan ujian aromatik sintetik dan campuran yang menemukan begitu banyak produk daripada minyak pati (Guenther, 1987).

Minyak pati yang teratur kini digunakan di Rom, Yunani, Mesir dan Timur Tengah. Ciri-ciri umum bagi minyak pati daripada tanaman adalah aromanya yang boleh dikenalpasti atau ciri-ciri lain daripada beberapa kegunaan praktikal. Bahan ini digunakan sebagai wangian, perasa makanan, deodoran, ubat-ubatan, dan antiseptik. Minyak pati juga merupakan bahan utama dalam rawatan aromaterapi.

2.2.5 Jenis Minyak Pati

Menurut Anonim (2003), Imansyah (2006), Tilaar (2005), dan Bel Air (2006) di Pusat Litbang Hasil Hutan Bogor Indonesia, minyak pati merupakan salah satu komoditi yang menjadi topik penelitian sejak sekian lama. Tetapi sampai saat ini, ia hanya merangkumi kepada pencarian potensi, kuantiti minyak yang dihasilkan, serta teknologi pemerosesan, dan belum lagi kepada pengembangan selanjutnya seperti sebagai salah

satu bahan untuk terapi. Beberapa jenis minyak pati yang telah dikaji antara lain ialah kayu putih, nilam, gaharu, kuli lawang, cendana, cengkih, pohon wangi, gemor, dan lain-lain. Untuk menghasilkan satu aroma spesifik daripada satu jenis tumbuhan, kajian perlu dijalankan dengan lebih lanjut, sehingga memperolehi semua jenis aroma dengan tujuan dan manfaat tertentu. Beberapa perusahaan besar di dunia telah melakukan kajian ini sekali gus memiliki patennya. Pada Jadual 2.2 berikut membuktikan beberapa jenis tumbuhan minyak pati sebagai sumber aromaterapi serta khasiatnya.

Jadual 2.2: Beberapa jenis tumbuhan minyak pati sebagai sumber aromaterapi

Bil	Jenis Minyak Pati	Khasiat	Jenis Tumbuhan
1	<i>Eucalyptus</i>	Kewangiannya dapat menghilangkan bau secara efektif, serta juga boleh menghilangkan bakteria, antiseptik dan antiviral	***
2	Kayu putih (<i>Melaleuca leucodendron</i>)	Berkhasiat sebagai analgesik ringan, antimikrob, antineuralgic, antispasmodic, antiseptik, anthelmintik, karminatif, ekspektoran, ubat penurun panas, insektisida, sudorific, tonik.	***
3	Cinnamon	Minyak patinya berkhasiat sebagai antibiotik, antiseptik dan antivirus yang dapat melindungi tubuh manusia.	***
5	Jasmine (melati), <i>Jasminum sambach</i>	Mewujudkan suasana romantis, tetapi tidak boleh digunakan terlalu banyak, kerana aroma yang kuat membuatkan udara menjadi tidak segar, bahkan bagi sebahagian orang mungkin menyeramkan.	**
6	Lavender (<i>Lavandula officinalis</i>)	Untuk relaks, dan keseimbangan tubuh, sebagai detoks dan zat pengurang rasa sakit, berguna untuk mengurangi perasaan cemas dan gelisah, menyeimbangkan tekanan darah tinggi, antidepresi, menghilangkan rasa sesak atau hidung tersumbat, mengatasi insomnia, jerawat. Berkhasiat sebagai analgesik, antikonvulsan, antimikrob, antirematik, antiseptik antispasmodic,	**

		bersifat antitoksin, insektisida, parasiticide, rubefacient, ubat penenang tonik, stimulan, sudorific, pengubat luka.	
7	<i>Cendana/ Sandalwood</i>	Aromanya dapat membantu mencipta dan dapat mengurangi tekanan, dapat mengatasi masalah sukar tidur serta masalah lain yang berhubungan dengan tekanan. Sangat bermanfaat digunakan pada saat meditasi.	***
8	<i>Pachouli</i> (minyak nilam)	Bagi kebanyakan orang, aromanya sangat eksotik kerana dapat menghilangkan kegelisahan, memperbaiki pembuluh darah, meredakan batuk, membantu meneutralkan racun akibat kelebihan ubatan kimia dalam tubuh. Berkhasiat sebagai antidepresan, anti-inflamasi, anti-emetik, antimikrob, antiphlogistic, antiseptik, bersifat antitoksin, antivirus, afrodisiak, zat, bakterisida, karminatif, cicatrisant, pencernaan, diuretik.	****
9	<i>Pine</i> (minyak pinus)	Boleh mengingatkan orang pada suasana luar ruangan yang begitu bersih sehingga menimbulkan rasa nyaman kerana berbau kayu.	***

Keterangan :

**) Jenis tumbuhan hiasan

***) Jenis tumbuhan hutan

****) Jenis tumbuhan perkebunan

Sumber: Anonim (2003); Imansyah (2006); Tilaar (2005); Bel Air (2006)

2.3 HERBA NILAM

Di kebanyakan negara, tanaman herba diusahakan secara komersial atau sebagai tanaman sampingan, namun ianya lebih kepada tanaman hiasan berbanding sebagai tanaman utama pada suatu ketika dahulu (Abdul, 1998). Tumbuhan herba banyak mempengaruhi perkembangan sejarah ekonomi kerana tumbuhan ini dipelbagai gunakan

sebagai bahan masakan atau ubat-ubatan, pewangi, bahan kosmetik serta tumbuhan yang menghiasi sebahagian taman bunga. (Brown, 1995).

Sehingga ke hari ini, kita masih bergantung kepada penggunaan herba dan rempah ratus dalam bidang perubatan, kimia dan penghasilan perasa dalam masakan serta memainkan peranan dalam seni kulinari, bahan pewangi dan kosmetik. Seseengah tumbuhan herba berfungsi sebagai bahan ubat-ubatan dan bahan makanan harian serta mampu menghasilkan minyak masak yang berkualiti tinggi dan penanamannya dikomersialkan untuk pelbagai tujuan (Parry,1696 dan Andi,1997).

Nilam (*Pogostemon cablin Benth*) merupakan salah satu jenis tanaman yang boleh menghasilkan minyak pati. Di pasaran perdagangan antarabangsa, nilam diperdagangkan dalam bentuk minyak dan dikenal dengan nama *Patchouli oil*. Terdapat berbagai jenis minyak pati yang ada di Indonesia, minyak nilam menjadi pilihan setiap tahun kerana lebih dari 45% pendapatan negaranya dihasilkan daripada minyak pati berasal dari minyak nilam dan sekitar 90% permintaan minyak nilam dunia berasal dari Indonesia (Santoso,1990). Bahkan negara kita telah mendapat gelaran sebagai negara yang menemui tanaman nilam ini tetapi kebanyakan pengeluarannya dilakukan di negara jiran, iaitu Indonesia. Buat masa ini, minyak nilam lebih dikenali berasal daripada Sumatera Utara dan Sumatera Barat (Grieve,2003).

Menurut Sastroamidjojo(1988), sebelum perang dunia kedua lagi, Indonesia telah berjaya menghasilkan minyak nilam sebanyak 90 % daripada pasaran dunia. Pada masa itu, produk minyak nilam lebih dikenali di pasaran dunia sebagai "*Patchouli Aceh*", disebabkan majoriti pengeksport minyak nilam dunia melalui Pelabuhan Tanjung Priok, Aceh. Namun demikian, perdagangan minyak nilam dan minyak pati lain pada umumnya tidaklah dianggap penting. Hal ini kerana wujudnya masalah yang berlaku dalam penentuan kualiti minyak nilam oleh pekilang dan juga petani yang mana telah menyebabkan harga pasaran minyak nilam tidak menentu.

Nilam merupakan salah satu tanaman penghasil minyak pati yang penting, samaada sebagai sumber pendapatan negara mahupun sebagai sumber pendapatan petani. Pada tahun 1951 hingga 1960, Indonesia telah mengekport minyak nilam sekitar 24 – 108 tan setahun dan daun nilam kering adalah sekitar 24 hingga 54 tan setahun(Sastroamidjojo,1988). Eksport minyak nilam mencapai tahap tertinggi pada tahun 1993 iaitu mencapai 2835 tan dan menjana pendapatan masing-masing sebanyak Dolar Amerika Syarikat, US\$ 20,691,000.

Pada tahun 2004, nilai eksport minyak nilam telah mencapai 2.074 tan dengan jumlah US\$ 27,137,000. Pada tahun 2011 ini harga minyak nilam boleh mencecah Rp 510, 000/kg bergantung kepada kualiti minyak nilam yang terhasil (La Taya,2011). Hal ini adalah kerana jumlah penghasilan minyak nilam Indonesia dilaporkan tidak stabil dan kualiti nilam alkohol yang terdapat dalam minyak nilam rendah, tidak tetap serta berubah – ubah. Minyak nilam memiliki potensi strategik di pasaran dunia sebagai bahan pengikat aroma wangi pada pewangi dan kosmetik (Sari, 2006). Prospek eksport minyak nilam pada masa akan datang masih cukup besar seiring dengan tingginya permintaan terhadap pewangi dan kosmetik.

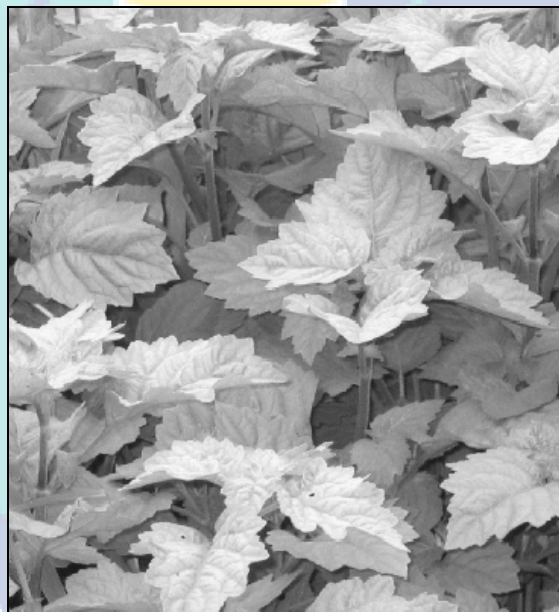
Walaupun nilam telah ditanam selama hampir 100 tahun, di daerah pengeluar utama iaitu Aceh dan Sumatera Utara, namun sampai sekarang teknologi pengolahan hasilnya masih ketinggalan sehingga mutu minyak yang dihasilkan masih rendah. Hal ini disebabkan oleh beberapa faktor seperti faktor sosial ekonomi petani dan faktor teknologi yang masih lagi terbatas.

Minyak nilam diperoleh daripada hasil penyulingan daun, batang dan cabang tanaman nilam. Kadar minyak tertinggi terdapat pada daun dengan kandungan utamanya adalah kandungan alkohol nilam (*patchouli alcohol*) yang beranggaran lebih kurang 30 – 50 % (Fabienne, 2006).

2.3.1 Jenis – Jenis Tumbuhan Nilam

Tanaman nilam meliputi tiga spesies utama iaitu *Pogostemon Cablin Benth*, *Pogostemon Hortensis*, dan *Pogostemon Heyneanus*. Menurut Sudaryani (1998) penjelasan ringkas mengenai jenis – jenis tanaman nilam dinyatakan seperti berikut:

i. *Pogostemon Cablin Benth*



Gambar 2.1 : *Pogostemon Cablin Benth*

Sumber: Sudaryani (1998)

Pogostemon Cablin Benth atau sering juga disebut Nilam Aceh ditunjukkan dalam gambar 2.1 di atas. Jenis nilam ini termasuk famili *Labiata* iaitu kelompok tanaman yang mempunyai aroma yang mirip antara satu sama lain. Tanaman jenis ini sebenarnya dari Malaysia yang kemudian berkembang ke Filipina, Madagaskar, Paraguay, Brazil, dan Indonesia. Kandungan minyaknya 1.0-3.0%.

ii. *Pogostemon Heyneanus*



Gambar 2.2.: *Pogostemon Heyneanus*

Sumber: Sudaryani (1998)

Gambar 2.2 menunjukkan salah satu jenis tumbuhan nilam iaitu nilam hutan ataupun lebih dikenali sebagai *Pogostemon Heyneanus* ataupun nilam Jawa. Tumbuhan jenis ini berasal dari India, banyak terdapat dan tumbuh secara meliar di hutan pulau Jawa. Nilam jenis ini berbunga, dan kandungan minyaknya rendah iaitu 0.50-1.5%. Di samping itu juga minyak nilam dari tanaman ini mempunyai komposisi minyak nilam yang kurang mendapatkan pasaran dalam perdagangan antarabangsa.

iii. *Pogostemon Hortensis*

Pogostemon Hortensis juga disebut sebagai nilam sabun kerana boleh digunakan untuk mencuci pakaian. Gambar 2.3 menunjukkan tumbuhan nilam ini yang hanya terdapat di daerah Banten, Indonesia. Bentuk *Pogostemon Hortensis* ini mirip dengan nilam Jawa, tetapi tidak berbunga. Kandungan minyaknya adalah 0.5-1.5%. Oleh kerana

komposisi minyak yang dihasilkan sedikit maka tanaman jenis ini juga kurang mendapat sambutan dalam pasaran perdagangan.



Gambar 2.3 : *Pogostemon Hortensis*

Sumber: Sudaryani (1998)

Antara ketiga - tiga jenis nilam tersebut, sepi yang paling banyak diusahakan oleh penduduk Indonesia adalah *Pogostemon Cablin Benth* atau lebih dikenali sebagai Nilam Aceh. Hal ini adalah kerana kadar dan kualiti minyaknya lebih tinggi daripada jenis - jenis nilam yang lain. Nilam Aceh dikatakan berasal dari Filipina atau Semenanjung Malaysia. Setelah sekian lama berkembang di Indonesia, adalah tidak mustahil kemungkinan terjadi perubahan dari sifat asalnya.

2.3.2 Perkembangan Teknologi Penggunaan Minyak Nilam

Keadaan masih lagi terbatas untuk pasaran eksport minyak nilam kerana negara yang membeli minyak nilam Indonesia masih lagi minimum. Namum demikian, sejak

munculnya persaingan baru seperti negara Filipina dan China, daya saing minyak nilam di pasaran antarabangsa telah menjadi lebih sengit (Robbins, 1983). Pada saat ini banyak produk hiliran minyak nilam muncul sebagai bahan kosmetik, aromaterapi, minyak wangi dan ubat-ubatan (Fang, 2007).

Minyak nilam adalah minyak pati yang diperoleh daripada daun, batang dan cabang nilam dengan cara penyulingan. Menurut Ketaren(1985), minyak yang dihasilkan terdiri daripada komponen yang mempunyai takat didih tinggi seperti *patchouli alkohol*, *patchoulene*, *kariofilen* dan *non-patchoulenol* yang berfungsi sebagai zat pengikat yang mana sebahagian besar produk minyak nilam digunakan sebagai zat pengikat dalam industri minyak wangi. Komponen utama dalam minyak nilam yang dipakai sebagai zat pengikat tersebut adalah "*patchouli alkohol*". Tiada penemuan lain bagi menggantikan sifat pengikat ini secara kaedah saintifik. Hal ini telah menyebabkan permintaan terhadap minyak nilam ini semakin meningkat seiring dengan peningkatan penggunaannya dalam pelbagai bidang.

2.3.2.1 Industri Minyak Wangi

Perkembangan industri wangian terus berkembang dan ini menyebabkan permintaan terhadap minyak nilam cukup besar, dan terus berkembang sesuai dengan kemajuan teknologi khususnya dalam bidang peningkatan gaya hidup(Feri,2007). Minyak nilam adalah minyak pati yang tergolong dalam kelompok aroma akhir, iaitu aromanya dapat bertahan lama, dan minyak nilam itu sendiri sebenarnya boleh dianggap sebagai minyak wangi (Guenther, 1948). Aromanya segar, mempunyai ciri khas berfungsi sebagai daya pengikat yang kuat, sukar digantikan dengan bahan kimia sintetik(Rusli, 1991).

Menurut Ketaren (1985) lagi, minyak nilam dapat berfungsi sebagai pengikat yang baik dan sangat penting dalam pembuatan minyak wangi. Zat pengikat merupakan suatu senyawa yang mempunyai daya meruap lebih rendah atau takat didihnya lebih tinggi daripada zat pewangi, sehingga kecepatan pemeruapan zat pewangi dapat

dikurangkan atau dilambatkan. Penambahan zat pengikat ini di dalam minyak wangi bertujuan untuk mengikat bau wangi dengan mencegah kadar penguapan zat pewangi berlaku pada kadar yang cepat, sehingga bau wangi tidak cepat hilang(Feri,2007).

Dalam industri wangian juga, minyak nilam tidak dapat digantikan oleh zat sintetik lain kerana sifatnya yang sangat unik dalam menentukan kekuatan, sifat dan ketahanan wangian(Feri,2007). Hal ini disebabkan oleh sifatnya yang dapat mengikat bau wangi daripada bahan pewangi lain dan sekali gus dapat membentuk bau yang harmonis dalam suatu campuran minyak wangi (Guenther,1948).

2.3.2.2 Industri Sabun dan Kosmetik

Fungsi minyak nilam dalam industri sabun dan kosmetik tidak berbeza dengan industri minyak wangi iaitu sebagai zat pengikat agar wangian tidak cepat hilang pada saat pemakaiannya. Kebanyakan industri sabun dan kosmetik menggunakan minyak nilam sebagai pengikat kerana sampai saat ini minyak nilam masih terbukti sebagai bahan yang terbaik dalam menjadi pengikat bahan(Feri,2007). Di samping itu juga dapat bermanfaat sebagai antiseptik untuk mengubati gatal-gatal pada kulit (Bauer,1997).

2.3.2.3 Anti Serangga Atau Pestisid.

Tanaman nilam dapat digunakan sebagai bahan asas untuk menghalau serangga. Menurut Dummond(1960) daun nilam digunakan sebagai insektisida terutama untuk menghalau ulat kain (*Thysa-nura*) kerana di dalamnya mengandungi zat yang tidak disukai oleh serangga tersebut. Hal ini kerana dalam komponen minyak nilam terdapat α -pinen dan β -pinen. Daripada penelitian yang telah dilakukan, menunjukkan bahawa minyak nilam dapat digunakan sebagai pengendali populasi serangga kerana sifatnya sebagai bahan penolak dan penghalau pertumbuhan serangga. Sebagai pengendali hama, minyak nilam mempunyai prospek yang cukup baik untuk dikembangkan sebagai salah satu bahan mentah insektisida semula jadi(Feri,2007).

Mardiningsih(1998) juga melaporkan bahawa minyak nilam dapat digunakan untuk mengendalikan hama, sama ada hama gudang mahupun hama tanaman. Menurut Grainge(1987) pula, bahagian akar, batang dan daun tanaman nilam dapat membunuh ulat beluncas (*Crocidolomia binotalis*) dan ulat beluncas kluster ataupun *Spodotera litura* yang merupakan hama penting pada tanaman, sedangkan daun dan pucuk nilam dapat membasmi semut (*Formicida*) dan lipas (*Blattidae*) di dalam rumah(Feri,2007).

Hasil penelitian Mardiningsih (1998) minyak nilam bersifat menolak beberapa jenis serangga seperti ulat kain (*Thysanura lepismatidae*), *Sitophilus zeamais* (kumbang jagung), dan *Carpophilus sp.* (kumbang buah kering). Menurut Grainge (1987) lagi, minyak nilam juga bersifat menolak *Aphid* (kutu daun), nyamuk dan larva rama-rama noctuid, beluncas, ataupun *Pseudaletia unipuncta* yang merosakkan tanaman terutama rumput dan bijian(Feri,2007).

2.3.2.4 Kegunaan lain

Selain sebagai pengikat wangi pada industri wangian, kosmetik dan sabun serta sebagai pestisid ternyata minyak nilam berguna sebagai antibiotik dan anti radang kerana dapat menghalang pertumbuhan kulat dan mikrob. Menurut Grainge(1987), minyak nilam juga dapat digunakan untuk sebagai ubat ketiak, ubat batuk, asma, sakit kepala, sakit perut, bisul dan ruam(Feri,2007). Minyak nilam merupakan minyak eksotik yang dapat meningkatkan ghairah dan semangat serta mempunyai sifat meningkatkan daya seksual. Minyak nilam juga biasanya digunakan untuk mengharumkan kamar tidur dan memberikan kesan yang menenangkan dan membuatkan tidur lebih nyenyak bagi penghidap anti-insomnia (Hu, 2005).

Dalam bidang farmaseutikal, minyak nilam termasuk dalam aromaterapi yang kebelakangan ini semakin popular sebagai salah satu cabang perubatan alternatif, kerana minyak nilam mempunyai kesan sedatif yang menenangkan dan dapat digunakan untuk mengurangkan gangguan kemurungan, kegelisahan, ketegangan kerana keletihan, stres, kebingungan, lesu dan tidak ghairah serta meredakan kemarahan (Pharmacopeia, 2000).

2.3.3 Perkembangan Teknologi Sisa Buangan

Dari hasil penelitian Mardiningsih (1994), dengan memanfaatkan sisa tersebut menjadi produk yang berguna merupakan cara bijak untuk mengatasi masalah lambakan sisa tanaman nilam. Dengan penggunaan sisa tanaman nilam ini, produk lebih berguna dan akan meningkatkan nilai ekonomi serta menambah keuntungan kepada industri minyak nilam(Feri,2007).

2.3.3.1 Aromaterapi

Sisa daripada hasil penyulingan minyak nilam masih dapat dimanfaatkan sebagai bahan aromaterapi, kerana mempunyai aroma yang khas dan berbau harum(Feri,2007). Hampas tersebut dijemur kemudian digiling dan setelah siap boleh digunakan sebagai bahan mentah bagi pembuatan aromaterapi berbentuk lidi (joss-stick) (Jime´nez,2007 dan Amir ,2007).

2.3.3.2 Ubat Nyamuk

Seperti diketahui bahawa minyak nilam selain mempunyai aroma yang khas, ia juga bersifat menghalau serangga. Dengan menggunakan hampas daripada penyulingan minyak nilam sebagai *organic filler*, maka ubat nyamuk bakar akan berbau harum ketika digunakan. Sebagai bahan pengisi, hampas nilam selain daripada berbau harum, juga bersifat menghalau nyamuk ketika ubat nyamuk tersebut dibakar (Feri,2007).

2.3.3.3 Kegunaan Lain

Selain itu juga, sisa tanaman nilam seperti daun-daunan dan batang dapat digunakan sebagai baja kompos. Hal ini berlaku kerana di dalam sisa nilam masih terdapat bahan aktif yang dapat bersifat menghalau serangga. (Mardiningsih,1998).

Penggunaan sisa tanaman nilam sebagai baja kompos dapat menjimatkan penggunaan baja nitrogen sebanyak 10% dan juga dapat meningkatkan kesuburan tanah. Baja kompos daripada sisa hasil penyulingan minyak nilam mempunyai kandungan yang cukup tinggi dan berpotensi tinggi bagi sumber baja organik alternatif yang bermutu (Djazuli,2002).

Hampas nilam juga dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar untuk proses penyulingan, sehingga boleh menjimatkan penggunaan bahan bakar. Abu sisa daripada pembakaran dapat digunakan sebagai baja tanaman. Selain itu juga, sisa air bekas penyulingan nilam menghasilkan aroma yang cukup wangi, dapat dipekatkan sehingga boleh digunakan untuk industri aromaterapi(Feri,2007). Penggunaan dalam industri aromaterapi dengan menggunakan sisa air daripada bekas penyulingan telah digunakan untuk menenangkan jiwa (Naf,1981).

2.4 KUALITI MINYAK NILAM

Minyak nilam mengandungi komponen Patchouli alkohol yang merupakan ciri utama dalam minyak nilam, dengan peratusan yang boleh mencapai sehingga 50-60% (Guenther, 1990). Salah satu sifat minyak nilam yang khas adalah daya pengikat yang cukup tinggi. Nilam alkohol merupakan sebatian seskuiterpena alkohol tertier trisiklik (Henderson,1970). Sifat minyak nilam tidak larut dalam air, tapi larut dalam alkohol, eter atau pelarut organik yang lain. Mempunyai takat didih 280°C pada 37°C dan kristal yang terbentuk memiliki takat lebur pada 56°C . Minyak nilam mengandungi lebih daripada 30 jenis komponen kimia, termasuk 4 hidrokarbon monoterpena, 9 hidrokarbon seskuiterpena, 2 monoterpena teroksida, 4 epoksi, 5 seskuiterpena alkohol, 1 norseskuiterpen alkohol, 2 seskuiterpena keton dan 3 seskuiterpena ketoalkohol (Fabienne,2006 dan Adusumilli,2005). Standard mutu minyak nilam yang diperolehi hendaklah sesuai dengan standard SNI dapat seperti jadual 2.3 di bawah yang menggunakan standard ISO sebagai rujukan.

Jadual 2.3: Syarat Mutu Minyak Nilam Berdasarkan ISO 3757:2002

Kriteria	Keterangan
Warna	Kuning muda sampai coklat tua
Ketumpatan Jenis 25 ⁰ C/25 ⁰ C	0.943 – 0.983
Indeks bias 250C	1.506 – 1.516
Kelarutan dalam etanol 90% pada suhu 25 ⁰ C ± 3 ⁰ C	Larutan jernih dalam perbandingan volume 1 s/d 10
Bilangan asid Maksimum	5.0
Bilangan ester, maksimum	10.0
Minyak asing	-
Zat-zat asing:	
a. Alkohol	(-470) - (-660)
b. Lemak	30
c. Minyak lain	-
Rekomendasi :	
- Bau	Segar, khas minyak nilam
- Putaran optik	(-40 ⁰ – (-)60 ⁰)
- Profil Kromatografi :	
<u>Kandungan peratus</u>	<u>minimum - maksimum (%)</u>
<i>β-Patchoulene</i>	1.8 - 3.5
<i>Copaene trace</i>	1
<i>α-Guaiene</i>	11 - 16
<i>β-Caryophyllene</i>	2 - 5
<i>Bulnesene</i>	13 - 21
<i>Nor-Patchoulenol</i>	0.35 - 1
<i>Patchoulol</i>	27 - 35
<i>Pogostol</i>	1 - 2.5

Sumber: Dewan Standardisasi Nasional (1991)

2.5 TEKNIK TEKNIK PENGEKSTRAKAN

Teknik pemisahan adalah proses memisahkan larutan dua atau lebih komponen kepada dua atau lebih produk yang berperingkat dalam pelbagai komposisi. Hal ini boleh menyingkirkan satu komponen-komponen tunggal daripada satu campuran atau memisahkan satu larutan ke dalam hampir keseluruhan komponen asli. Hal ini boleh dilakukan dengan menggunakan perbezaan sifat kimia dan sifat fizik antara bahan-bahan melalui satu teknik pemisahan agen.

Setakat ini telah banyak kajian dilakukan penelitian tentang penyulingan minyak pati terutama dikaitkan dengan perlakuan bahan sebelum dan selama mana proses penyulingan dijalankan. Hal ini dilakukan untuk memperoleh kandungan minyak yang tinggi. Langkah pertama dalam pengekstrakan minyak pati adalah menggunakan kaedah penghancuran atau dengan cara menggiling bahan tumbuhan untuk mengurangkan saiz zarah dan memecahkan tumbuhan kepada beberapa dinding sel kelenjar minyak. (Battaglia,1995)

Minyak ini terbebas keluar dari tumbuhan dan dihasilkan dengan menggunakan beberapa kaedah seperti penyulingan air dan penyulingan stim. (Anonim,1998). Namun kaedah penyulingan setakat ini merupakan kaedah yang paling umum untuk pengekstrakan minyak pati. Tumbuhan muda menghasilkan minyak lebih banyak dari tumbuhan yang tua, tetapi tanaman tua lebih kaya dalam penghasilan minyak resin dan lebih gelap kerana pengewapan terus-menerus dari pecahan kecil minyak yang dihasilkan (Stephen Miall,1940). Pengecilan ukuran bahan biasanya dilakukan dengan pemotongan. Kaedah ini bertujuan agar membenarkan kelenjar minyak terbuka sebanyak mungkin sehingga memudahkan pengeluaran minyak dari bahan mentah dan mengurangi sifat kimia bahan tersebut.

Dalam kaedah tertua dan paling sederhana yang pernah dilakukan, bekas yang mengandungi air dan kondenser bersama – sama bahan tumbuhan yang dihancurkan akan dipanaskan dengan api secara langsung, di mana wap air dan minyak pati yang diperoleh dalam air sejuk melalui proses kondensasi. Kaedah ini dipanggil kaedah penyulingan hidro. Kaedah penyulingan hidro ini telah digantikan oleh sebuah proses iaitu tumbuhan diletakkan pada bekas di atas permukaan air, dan stim yang keluar daripada jentera kedua diperkenalkan. Minyak pati yang bersifat mudah meruap dipisahkan melalui cara ini yang mana lebih dikenali sebagai penyulingan stim(Sastrohamidjojo,2004).

Terdapat beberapa faktor yang menentukan kualiti sebenar setiap jenis minyak pati. Selain jenis bahan tanaman itu sendiri, faktor - faktor paling penting adalah waktu,

suhu dan tekanan daripada peralatan penyulingan. Minyak pati adalah produk yang sangat kompleks, masing-masing terdiri daripada beratus-ratus molekul berbeza yang datang bersama – sama untuk membentuk aroma minyak dan sifat terapeutik. Suhu ruangan penyulingan tidak boleh terlalu tinggi kerana beberapa bahagian sifat minyak akan berubah atau musnah (Sofian Rusli,1997).

Hal yang sama juga berlaku pada tekanan ruangan penyulingan itu. Sebagai contohnya minyak pati lavender, misalnya, tidak boleh diproses melebihi 245°F dan tekanan 3 atm. Suhu yang lebih tinggi atau memberi tekanan yang lebih tinggi dalam proses pengekstrakan, akan mengurangkan kesan terapi minyak itu. Selain itu, tempoh pengekstrakan harus dibiarkan berterusan dalam tempoh waktu tertentu dalam rangka untuk mengeluarkan semua bahagian minyak daripada tanaman (Law dan Kelton,1991).

Walaupun kekurangan pemprosesan secara agresif, faktor suhu yang tinggi dan tekanan sering digunakan untuk menghasilkan jumlah besar minyak dalam masa yang singkat. Minyak ini biasanya bertujuan untuk digunakan dalam pembuatan makanan dan kosmetik, tetapi kadang-kadang dijual kepada pelanggan sebagai minyak pati untuk digunakan dalam aromaterapi. Minyak ini akan lebih murah, tetapi nilai terapeutiknya terhad, dan perbezaannya jelas berbanding minyak asal dari segi aromanya. Semua ini jelas diterangkan oleh Tilaar(2005).

Minyak nilam dihasilkan melalui proses penyulingan. Sebelum proses penyulingan biasanya persediaan terhadap bahan yang hendak disuling dilakukan. Langkah - langkah tersebut dapat dilakukan dengan beberapa cara sama ada dengan pengecilan ukuran, pengeringan atau pelayuan dan fermentasi (Ketaren,1985). Namun demikian, bahan mentah seperti bunga melati dan daun seperti kayu putih dapat disuling secara langsung tanpa perlu dilakukan pengecilan saiz bahan terlebih dahulu kerana sifat bahan mentah tersebut lebih mudah mengeluarkan minyak menerusi keadah penyulingan (Ketaren, 1985).

Pelayuan dan pengeringan bertujuan untuk pengewapan sebahagian air dalam bahan sehingga penyulingan berlangsung lebih mudah dan lebih singkat untuk menguraikan zat yang tidak berbau wangi menjadi berbau wangi (Ketaren, 1985). Menurut Tan (1962), penyulingan daun nilam segar tidak dapat dilakukan kerana akan memperolehi kandungan minyak yang terlalu rendah. Hal ini disebabkan oleh sel-sel yang mengandungi minyak yang sebahagiannya terdapat di permukaan dan sebahagian lagi di bahagian dalam daun. Dengan kaedah penyulingan, daun segar hanya dapat mengeluarkan minyak yang terdapat di permukaan sahaja. Dengan pelayuan atau pengeringan, dinding-dinding sel akan terbuka sehingga membolehkan minyak pati lebih mudah untuk menembusnya.

Pengeringan secara langsung di bawah sinaran matahari juga menyebabkan sebahagian minyak nilam akan turut mengewap dan pengeringan yang terlalu cepat menyebabkan daun menjadi rapuh dan sukar disuling. Sebaliknya apabila pengeringan terlalu lambat menyebabkan daun menjadi lembab dan timbul bau yang tidak disenangi akibat adanya bau hapak, sehingga mutu minyak yang dihasilkan akan menurun. Untuk membuktikan bahawa proses pengeringan sudah mencukupi apabila timbul bau nilam yang lebih keras dan khas jika dibandingkan daun nilam segar (Guenther, 1948).

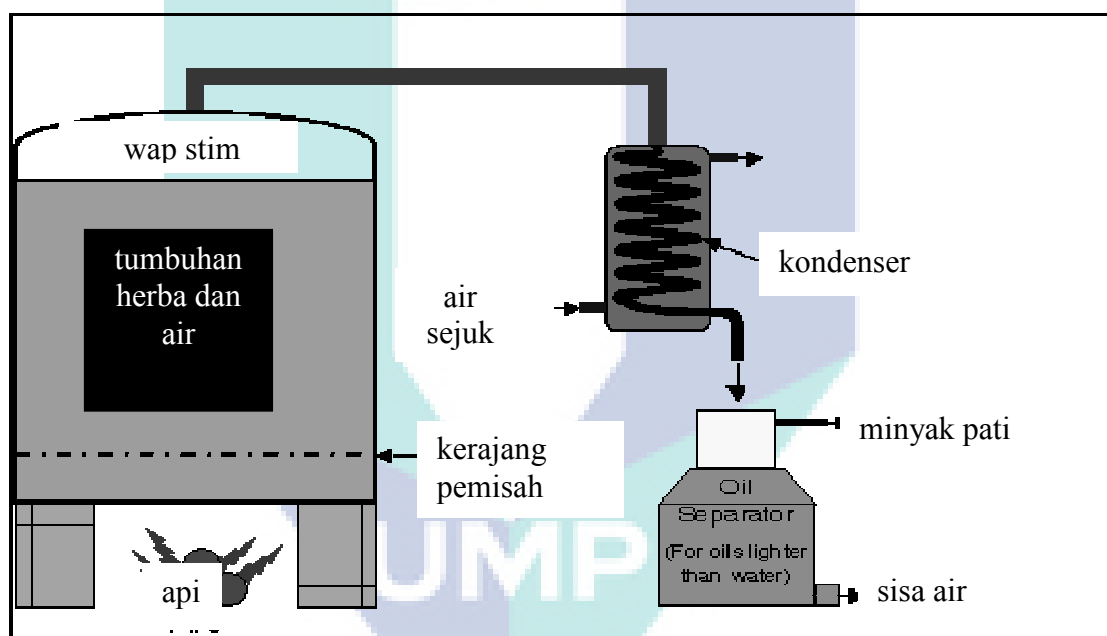
Penelitian kaedah penyimpanan nilam kering selama dua minggu telah dilakukan juga oleh Nurdjanah dan Ma'mun (1994), daun nilam sebahagiannya dikeringkan dengan cara dianginkan dan sebahagian lagi dijemur. Penggunaan peralatan penyulingan daripada bahan yang berkualiti tinggi perlu diterapkan dan dipertingkatkan untuk para petani, selain daripada untuk meningkatkan kualiti minyak dan juga dapat meningkatkan mutu minyak nilam (Anonymous, 2002). Dewasa ini juga sudah dikembangkan modifikasi penyulingan dengan wap secara langsung yang disebut penyulingan secara hidrodifusi (Meyer, 1984). Untuk mendapatkan mutu minyak yang baik, peralatan alat suling tersebut harus dibuat daripada besi keluli.

Menurut Harfizal (2002) pula, minyak nilam yang dihasilkan wujud dalam bentuk cecair, disimpan di dalam bekas yang bersih, kering, dan berkeadaan baik. Untuk

tujuan eksport, pada bahagian luar drum harus diberi label dengan bahan yang tidak mudah luntur.

2.5.1 Teknik Penyulingan Hidro

Teknik ini adalah teknik awal penyulingan dan paling versatil. Ia adalah teknik yang selalu digunakan dalam negara-negara primitif. Penyulingan hidro merupakan kaedah terbaik untuk bahan berbentuk serbuk seperti serbuk rempah, kayu kisar dan juga bahan yang sangat keras seperti kayu, atau kekacang.



Gambar 2.4: Penyulingan Hidro

Sumber: Douglas (2005)

Bagi kaedah penyulingan hidro, bahan yang akan disuling berhubung secara langsung dengan air yang mendidih (Adusumilli dan Gedu, 2005). Bahan tersebut mengapung di atas air atau terendam secara sempurna. Cara penyulingan ini baik digunakan untuk bahan yang berbentuk tepung dan bunga-bunga yang mudah berketul

jika terkena air panas, tetapi kurang baik untuk bahan yang mengandungi sifat seperti fraksi sabun atau bahan yang mudah larut dalam air (Guenther, 1948). Gambar 2.4 menunjukkan radas peralatan penyulingan hidro secara umum. Molekul-molekul minyak ini kemudian meruap akan tersejat bersama stim. Suhu dan juga proses yang terkawal cukup untuk memaksa minyak pati terpisah dari bahan tumbuhan dan proses ini tidaklah terlalu panas sehingga membakar tumbuhan. Wap stim yang mengandungi minyak pati yang tersejat akan dikondensasikan dengan melalui satu sistem pendinginan ataupun kondensasi bagi menukarkan stim, yang terhasil bagi membentuk cecair dan minyak pati serta air.

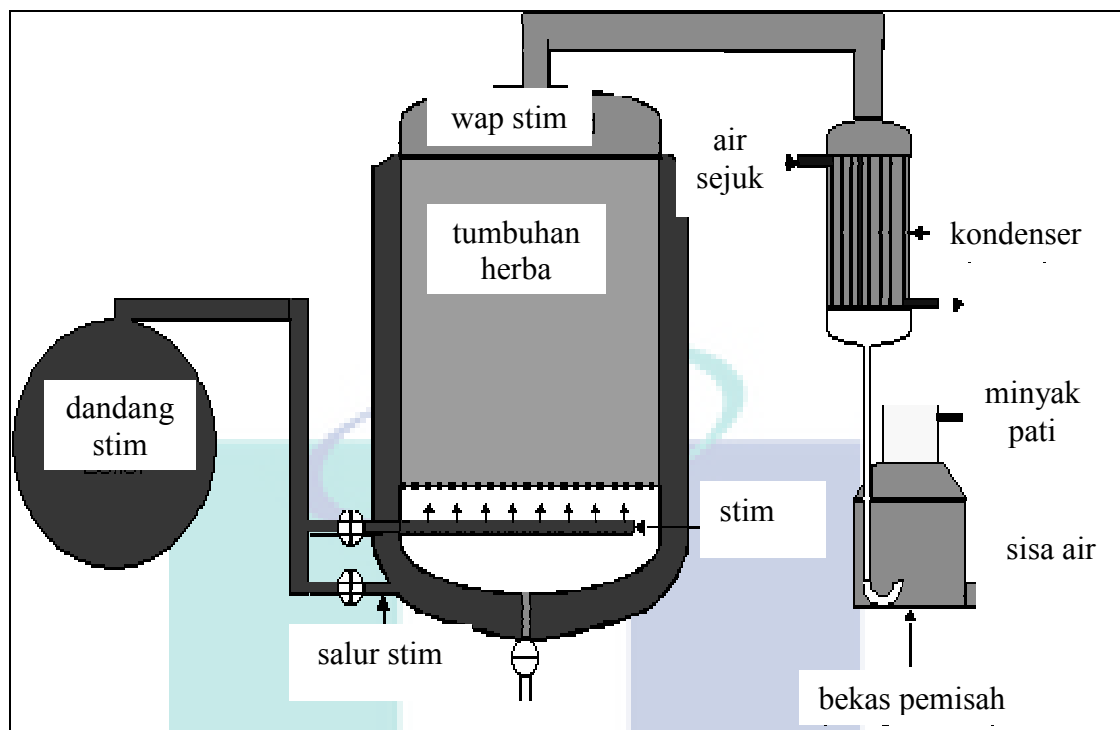
Semasa proses penyulingan, hanya molekul-molekul yang sangat kecil boleh sejat, jadi cara ini sahaja yang dapat dilakukan untuk minyak pati terpisah dari bahan tumbuhan itu. Minyak pati mengandungi struktur paling molekul yang kecil dan paling mudah meruap. Dalam kes ini, air menyediakan perlindungan untuk tumbuhan. Kaedah pengekstrakan ini sesuai bagi tumbuh-tumbuhan yang tidak boleh terkena atau terdedah kepada haba yang tinggi.

Kadar minyak pati berlainan yang dapat dihasilkan menerusi kaedah penyulingan hidro ialah sebanyak 93%. Biasanya kaedah penyulingan hidro menghasilkan minyak pati asli yang berkualiti kerana hanya menggunakan air berbanding daripada cara lain yang menggunakan pelarut. Menggunakan pelarut dalam kaedah pengekstrakan boleh membantu mengeluarkan minyak pati dan sebatian minyak komposit dalam air buangan. Halangan yang wujud antara air dan minyak Menyebabkan wujudnya dua fasa yang jelas dan terpisah secara semulajadi. Eikani (2007), melaporkan bahawa penyulingan hidro memperolehi efisien pengekstrakan yang lebih tinggi.

2.5.2 Teknik Penyulingan Stim

Penyulingan stim adalah kaedah paling biasa dalam pengekstrakan minyak pati. Bagaimanapun, hasilnya yang rendah dan tidak sesuai untuk pengekstrakan minyak yang lebih berat. Walau bagaimanapun, majoriti minyak pati yang ada pada hari ini adalah dihasilkan dengan menggunakan proses penyulingan stim. Kaedah ini merupakan kaedah lama pengekstrakan minyak pati yang dipercayai oleh masyarakat. Proses pengekstrakan ini sebenarnya agak mudah dan selagi proses pengekstrakan ini dipantau dengan teliti, stim akan kekal pada satu suhu yang tertentu dan tidak akan menjejaskan tumbuhan itu.

Kaedah penyulingan stim menggunakan satu sumber stim luaran yang mana paip - paip yang mengandungi stim akan dimasukkan ke dalam unit penyulingan. Teknik penyulingan stim boleh digambarkan sebagai susunan dandang stim, dengan bahan aromatik diletakkan dalam dulang bakul di atas air didih dan mendedahkan bahan tumbuhan dengan wap stim yang terhasil. Teknik ini adalah kaedah terbaik untuk menyuling bahan - bahan seperti daun, tetapi tidak betul-betul berhasil untuk kayu-kayan, benih dan kulit. Gambar 2.5 berikut menerangkan gambaran keseluruhan proses penyulingan stim.



Gambar 2.5 : Penyulingan Stim

Sumber: Douglas (2005)

Dalam industri yang menggunakan kaedah pengestrakan stim, bahan tumbuhan diletakkan di atas sebuah peralatan khusus yang digunakan dalam proses penyulingan. Peralatan tersebut mengandungi sebuah bekas bahan bakar yang habanya ditambah dari semasa ke semasa dan sebuah alat yang digunakan untuk pendinginan atau proses kondensasi. Tumbuhan itu terlebih dahulu dimasukkan ke dalam bekas yang tertutup yang di dalamnya terdapat jaringan. Haba yang di bawa oleh stim membantu membuka liang - liang atau dinding tumbuhan itu yang mengandungi molekul-molekul aromatik tumbuhan atau minyak. Sebaik sahaja terbukanya liang – liang itu, tumbuhan akan mengeluarkan molekul-molekul aromatik ini dan molekul-molekul wangian mampu dibawa ke atas bersama – sama dengan stim yang dihasilkan.

Wap stim yang membawa molekul-molekul minyak dialirkan ke dalam satu sistem tertutup yang menempatkan alat penyejukan. Air sejuk digunakan untuk mengkondensasikan wap dan ketika itu, wap yang telah terhasil akan terkondensasi dan bertukar menjadi cecair. Cecair dikumpulkan dalam sebuah bekas dan sepertimana jenis minyak yang mempunyai campuran air, dan akan terpisah secara semula jadi. Hal ini kerana minyak dan air tidak boleh bercampur secara langsung. Minyak yang terhasil akan terapung-apung di atas air kerana sifat minyak dan air yang berbeza – beza dari segi ketumpatan. Keadaan ini telah menyebabkan proses mengasingkan minyak dan air menjadi mudah.

Dahlan(1989), telah melakukan penyulingan minyak nilam dengan menggunakan sistem wap secara langsung selama 4 jam menghasilkan rendaman tertinggi 3.21 % pada tekanan kerja 150 kPa. Sementara itu Somantri (1999), telah melakukan simulasi untuk menentukan panjang kondensator alat penyuling minyak pati. Pendekatan yang digunakan dalam penelitian adalah menerusi pendekatan sistem. Stim dihasilkan pada tekanan lebih kuat dan mendidih pada suhu 100°C dan menghasilkan satu proses pengekstrakan yang selamat dan cepat. Jika suhu menjadi terlalu panas, bahan tumbuhan serta minyak patinya akan mengalami kerosakan dan menyebabkan mutu minyak yang terhasil tidak berkualiti (Thomas ,1992).

2.6 ULTRASONIK

Bagi memahami mekanisma ultrasonik, perlu terlebih dahulu mempunyai satu fahaman asas mengenai gelombang bunyi. Bunyi ialah satu bentuk tenaga dan gelombang bunyi ialah getaran-getaran mekanikal dalam pepejal, cecair atau gas. Bunyi digenerasikan dalam satu bahan akibat beberapa gangguan mekanikal mengambil tempat dalamnya (Ivana, 2007). Gangguan boleh menjadi pengujaan berbentuk kejutan, seperti satu letupan atau pukulan sebuah loceng. Sebaliknya, gangguan boleh mengambil bentuk getaran-getaran selanjara yang berpunca daripada ucapan, bermain alat muzik, atau bunyi yang dikeluarkan oleh sebuah mesin. Dalam setiap perkara, sesuatu itu boleh ditunjukkan yang sumber bunyi adalah dalam bentuk getaran. Getaran-getaran adalah

dinyatakan dalam bentuk frekuensi, iaitu satu saat. Unit frekuensi ialah hertz (Hz) (Rozeberg, 1973).

Ultrasonik ialah gelombang bunyi yang mempunyai frekuensi lebih daripada had pendengaran manusia, lebih daripada 20000 Hz. Dalam penyelidikan ini, kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro digunakan untuk menarik minyak keluar daripada tumbuhan nilam. Dalam penyelidikan ini, kaedah pengekstrakan secara kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro digunakan untuk mengeluarkan minyak pati dari tumbuhan nilam. Melalui proses ini, tumbuhan nilam akan bercampur dengan bahantara pengekstrakan iaitu air serta mendedahkan tumbuhan nilam kepada gelombang ultrasonik dalam tempoh masa yang telah ditetapkan selama setengah jam.

Gelombang ultrasonik menghasilkan satu siri kesan apabila ia bergerak merentasi satu medium yang membenarkan pemindahan jisim. Dalam kajian ini, air bertindak sebagai medium yang membenarkan perpindahan minyak nilam daripada tumbuhan nilam. Satu fenomena dikenali sebagai peronggaan merupakan getaran yang berfrekuensi tinggi yang boleh menghasilkan ombak getaran bagi menjana pertumbuhan dan kejatuhan buih-buih di dalam medium bahantara iaitu air (Hu, 2005). Peronggaan buih yang tidak simetri bagi setiap permukaan pepejal akan memasuki dan memecahkan ikatan pada permukaan tumbuhan nilam dan membantu pengeluaran minyak nilam yang. Tenaga akustik secara getaran telah digunakan untuk meningkatkan pemindahan jisim cecair padu dalam penghasilan minyak daripada bawang, lobak, kentang atau epal. Dalam sistem cecair padu, gelombang ultrasonik telah digunakan dalam penyahidratan osmosis epal, pengaraman keju dan daging (Ca'rcel, 2005).

Gelombang ultrasonik merujuk kepada gelombang akustik dengan frekuensi antara 20 kHz dan 10 MHz. Beberapa kesan-kesan fizikal seiring, seperti mekanik, kesan thermotics and peronggaan, hadir diri mereka semasa perambatan gelombang ultrasonik dalam pelbagai media, dan kesan-kesan ini telah diakui untuk menjadi bermanfaat bagi banyak proses-proses kimia dan fizikal (Ivana, 2007).

2.6.1 Aplikasi Ultrasonik

Selama bertahun-tahun telah diakui bahawa gelombang ultrasonik mempunyai potensi yang besar untuk digunakan dalam pelbagai jenis proses dalam industri kimia. Aplikasi utama gelombang ultrasonik semasa perang dunia pertama dan kedua adalah sebagai aplikasi sonar. Selepas itu, ada satu peningkatan penggunaan gelombang ultrasonik dalam industri, ubat dan dalam bidang kepenggunaan. Salah satu bidang penggunaan kuasa ultrasonik ini adalah untuk pembersihan dan telah dibuktikan sebagai satu teknologi yang sangat cekap.

Sejak kebelakangan ini, penggunaan gelombang - gelombang ultrasonik dalam cecair telah menjadi satu kepentingan yang mana sebilangan besar penggunaan praktikal ultrasonik dihubungkan dengan kesan-kesan gelombang ultrasonik pada bahan-bahan melalui penggunaan getaran - getaran ultrasonik sebagai bahantara. Hal ini membuktikan gelombang ultrasonik boleh diperkenalkan ke dalam satu sistem yang menggunakan bahantara bersifat cecair, menggunakan bekas tindakbalas yang dinding bawahnya mempunyai getaran ultrasonik dan membenamkan atau merendam sumber kuasa ultrasonik ke dalam tindak balas itu sendiri.

Penggunaan ultrasonik yang tinggi adalah untuk menghasilkan perubahan - perubahan atau kesan-kesan kepada media, atau kandungan media, di mana ombak getaran terhasil. Pelbagai mekanisma boleh diaktifkan oleh tenaga ultrasonik dan menggalakkan kesan - kesan tindakbalas. Kebanyakan daripada kesan tindakbalas mungkin berkaitan dengan haba, teknik mengacau, keadaan peronggaan, kesan kimia, kesan mekanikal, kesan elektrolit, kadar resapan, pembersihan dan kesan vakum (Blitz, 1971; Rozenberg, 1973; Ensminger, 1988; Toma, 2001, dan Maria, 2005).

Pino (2001) mendapati ultrasonik telah digunakan dengan mengambil kira sebatian organik yang sifatnya berbeza dan kecekapan pemulihan menggunakan pengestrakan ultrasonik lebih baik daripada menggunakan pengestrakan pelarut.

Pengekstrakan ultrasonik merupakan cara efektif untuk mengeluarkan sejumlah logam berat daripada pengolahan alam sekitar dan daripada bidang perindustrian. Dalam banyak kes, ia menyediakan pemulihan kuantitatif logam-logam dan menggantikan prosedur-prosedur persediaan drastik biasanya memerlukan penggunaan asid pekat dan suhu atau tekanan tinggi (Luque-Garcia,2003).

Romdhane dan Gourdon (2002) melaporkan untuk 50 spesies herba, gelombang ultrasonik telah didapati mengeluarkan satu hasil lebih besar pada suhu lebih rendah bersama – sama dengan masa pengekstrakan yang menjadi lebih pendek. Vinatoru (1997) mendapati penggunaan ultrasonik menambahkan hasil pengeluaran minyak yang diperolehi dalam masa yang sebahagian besarnya lebih pendek dan singkat berbanding kaedah sedia ada.

2.7 DESIGN OF EXPERIMENT (DOE)

Design of Experiment (DOE) ialah satu perkakasan yang berguna untuk menganalisis potensi proses pada tahap optimum. Terdapat ramai penyelidik dan jurutera menggunakan kaedah ini dalam pelbagai bidang seperti bioteknologi, botani, farmaseutikal dan lain-lain bidang kejuruteraan (Lazic, 2004). DOE juga merupakan satu cara pengoptimuman yang lazim digunakan dalam sains perubatan. DOE telah digunakan oleh James Lind, seorang pakar bedah pada HM Bark Salisbury yang telah menemui ubat untuk penyakit skurvi. Dia mencuba dengan lima jenis ubat yang berpotensi menyembuhkan penyakit tersebut terhadap enam pasangan pesakit sehingga dia mendapati bahawa buah-buahan sitrus ialah jawapan untuk penyakit itu (Hunter, 2005). Teknik moden DOE telah direka oleh Sir Ronald A. Fisher dalam 1920-an dan semenjak itu terdapat banyak peningkatan dalam kaedah ini seperti menggunakan matematik dan perisian model statistik dan penggunaan komputer.

2.7.1 Asas-Asas Rekabentuk Eksperimen

Untuk memahami fungsi rekabentuk eksperimen (DOE), adalah amat penting untuk mempunyai satu pemahaman yang baik bagaimana sesuatu proses itu berlaku. Pada asasnya, proses tersebut merupakan satu proses transformasi input kepada output di bawah keadaan-keadaan yang sesuai. Dalam konteks pembuatan, memasukkan satu proses pembolehubah seperti orang ramai, bahan, kaedah, persekitaran, mesin, prosedur, dan outputnya mungkin satu pertunjukan atau kualiti satu produk. Output juga boleh merujuk sebagai menjawab soalan untuk input. Dalam DOE, data dimasukkan bagi pembolehubah-pembolehubah input sambil memerhatikan perubahan-perubahan yang berlaku dalam pembolehubah output. Maklumat diperolehi dengan perancangan, pelaksanaan dan penganalisaan yang betul boleh digunakan untuk meningkatkan pelaksanaan fungsi produk (Lazic, 2004).

DOE yang akan menentukan sejenis bentuk DOE yang sesuai untuk kajian. Objektif untuk eksperimen yang terbaik dalam satu perbincangan adalah bila mana eksperimen dilakukan dalam kumpulan. Objektif perlu ditentukan sama ada merupakan objektif yang utama, dan yang agak baik tetapi bukan yang betul-betul perlu (Lazic, 2004). Kadang-kadang pengutamaan memaksa untuk membuat semula dari mula apabila menyedari yang eksperimen tidak memenuhi satu atau lebih objektif - objektif.

2.7.2 *Response Surface Methodology (RSM)*

RSM ialah satu koleksi statistik dan teknik-teknik matematik yang mudah untuk digunakan bagi membangun, meningkatkan, dan mengoptimumkan sesuatu proses (Abdel., 2005). Satu ciri berguna RSM ialah keupayaannya meramal pengaruh dan interaksi antara pelbagai pembolehubah yang boleh menjejaskan langkah prestasi suatu sistem. RSM ialah satu teknik yang mengandungi rekaan eksperimen dengan menyediakan cukup data dan ukuran parameter yang boleh digunakan, untuk membangun satu model matematik yang mempunyai penyesuaian terbaik bagi data diperolehi dari rekabentuk eksperimen dan menentukan nilai optimum pembolehubah-

pembolehubah bebas yang menghasilkan nilai maksima atau nilai minima sesuatu parameter.

Eksperimen direka bentuk untuk membenarkan interaksi anggaran malah kesan kuadratik dan oleh itu memberi satu idea (tempatan) bentuk permukaan gerak balas. Untuk ini, mereka adalah diistilahkan *Response Surface Methodology* (RSM). RSM adalah digunakan untuk mencari proses lebih baik, nilai maksimum, nilai minimum atau nilai optimum, menyelesaikan masalah proses dan perkara yang tidak bagus, membuat satu produk atau proses lebih kukuh menentang unsur luar dan pengaruh-pengaruh yang tidak terkawal.

Kaedah *Response Surface Methodology* (RSM) menerangkan penjelasan perhubungan antara beberapa pembolehubah dan satu atau lebih pembolehubah sambutan. RSM ialah untuk digunakan dalam satu set eksperimen yang direka untuk memperolehi satu sambutan optimum. Box dan Wilson(1951) mencadangkan menggunakan satu polinomial darjah pertama untuk memperagakan perlakuan ini. Mereka mengakui yang model ini hanya satu anggaran, tetapi menggunakannya sebagai model yang mudah untuk mentaksir. RSM ialah satu koleksi matematik dan teknik statistik yang berguna untuk memperagakan dan menganalisis masalah yang dipengaruhi oleh beberapa pembolehubah dan objektifnya ialah untuk mengoptimumkan sambutan atau response ini.

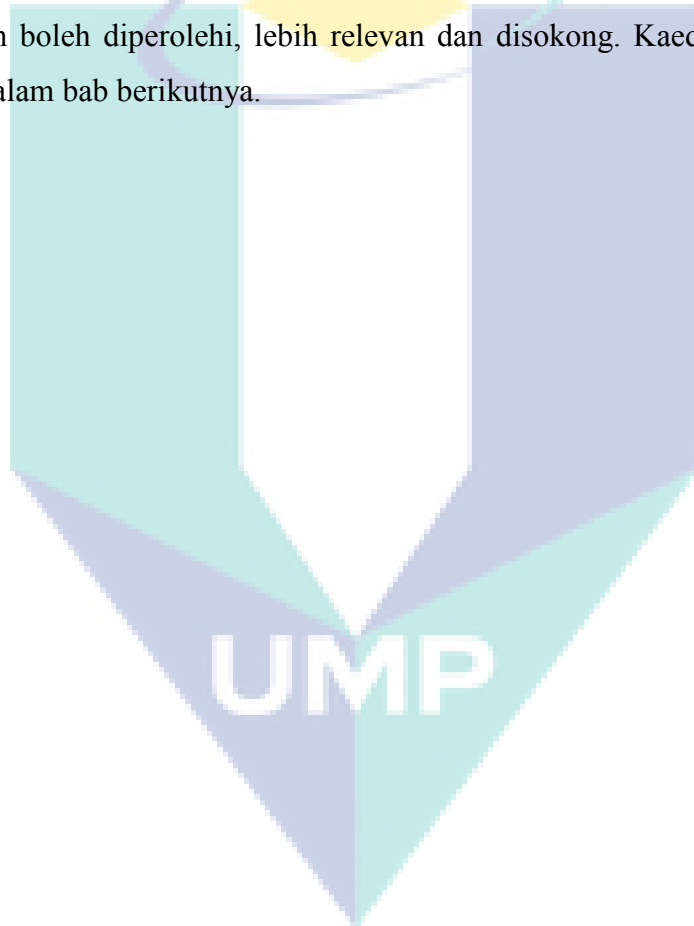
2.7.3 Menyekat Rekabentuk Eksperimen

Menyekat amnya adalah satu kaedah menghapuskan kesan variasi disebabkan oleh faktor - faktor yang tidak dikehendaki dan dengan itu meningkatkan kecekapan rekabentuk ujikaji. Tujuan utama ialah untuk menghapuskan sumber - sumber perubahan yang tidak dikehendaki seperti pada setiap kumpulan, hari ke hari atau anjakan berpaling. Blok sebagai menyediakan keadaan eksperimen seragam. Blok boleh jadi kumpulan bahan mentah, pengendali berbeza dan vendor yang berbeza. Eksperimen dalam keadaan sama seperti hari, termasuk di bawah blok. Kebolehubahan antara blok

mesti dihapuskan daripada ralat ujikaji, yang bertambah dengan nyata dalam ketepatan eksperimen(Anthony, 2003).

2.8 RINGKASAN BAB

Bab ini memberi satu penjelasan secara terperinci topik – topik yang hendak dikaji sebelum proses kerja - kerja dan penyelidikan yang melibatkan kaedah eksperimen dijalankan. Menerusi bab ini juga, kaedah perancangan untuk cara kerja penyelidikan boleh diperolehi, lebih relevan dan disokong. Kaedah penyelidikan akan dibincang dalam bab berikutnya.



BAB TIGA

BAHAN DAN KAEDAH KAJIAN

3.1 PENDAHULUAN

Bab ini menunjukkan kaedah keseluruhan penyelidikan yang melibatkan semua langkah yang diperlukan untuk mendapatkan minyak nilam. Jumlah kerja penyelidikan terdiri daripada aktiviti - aktiviti ujian makmal, iaitu contoh persiapan, penyesuaian, sampel prarawatan dan analisis minyak nilam. Siasatan awal menunjukkan yang prarawatan terhadap sampel nilam memainkan peranan penting dalam hasil pengekstrakan menyeluruh. Maka, penyelidikan ditumpukan untuk menyiasat pengaruh persediaan terhadap sampel nilam, sebelum pengekstrakan yang menggunakan pengekstrakan secara penyulingan hidro, penyulingan stim dan juga kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro. Kajian kualiti dan kuantiti minyak nilam yang dihasilkan menerusi ketiga - tiga teknik pengekstrakan iaitu penyulingan hidro, penyulingan stim dan prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro selepas proses penyediaan sampel.

3.2 PERSIAPAN NILAM KERING

Pengeringan ialah satu proses penting sebelum diteruskan dengan proses pengekstrakan. Pokok nilam baru dipotong dengan menggunakan gunting atau pisau kepada saiz kecil supaya meningkatkan kadar pengeringan. Anggaran panjang pokok nilam yang digunakan untuk tujuan pengeringan adalah sepanjang 10 – 20 cm.

Kemudian daun-daun terdedah kepada cahaya matahari untuk 3 jam pada suhu sekata untuk 3 hari. Proses ini penting agar dapat mengurangkan kadar kelembapan pada daun.

Langkah permulaan penting untuk memastikan tumbuh-tumbuhan benar-benar kering daripada sebarang lembapan sebelum langkah seterusnya dijalankan dalam eksperimen. Hal ini adalah untuk memastikan kandungan air tidak akan mengganggu proses pengekstrakan. Anggaran kandungan kelembapan tumbuhan nilam kering adalah sekitar 15%. Sumber tumbuhan nilam kering ini diperolehi daripada ladang nilam kepunyaan syarikat Nilam Suling Sdn Bhd yang terletak di Miri, Sarawak, Malaysia.

3.3 PERSEDIAAN SAMPEL

Daun – daun nilam kering telah digunakan untuk persediaan sampel bagi proses pengekstrakan. Terdapat tiga bentuk sampel yang telah dirancang bagi tujuan ini. Pertama adalah dengan menggunakan daun yang telah dikeringkan secara terus, berukuran antara 10 hingga 20 sentimeter (cm) panjang. Kedua adalah dengan memotong sampel pokok nilam kepada ukuran yang lebih kecil beranggaran 2 - 4 cm panjang dan sampel yang ketiga adalah dengan menghancurkan menggunakan pengisar dan berukuran antara 1 hingga 4 milimeter (mm) panjang. Gambar 3.1 menunjukkan keadaan asal sampel setelah dikeringkan dan diukur panjang purata, manakala gambar 3.2 menunjukkan keadaan sampel selepas dipotong kecil kepada 2 - 4 cm panjang manakala gambar 3.3 menunjukkan sampel yang telah dikisar halus. Hal ini adalah untuk membuktikan bahawa luas permukaan memainkan peranan dalam setiap proses pengekstrakan.



Gambar 3.1 : Sampel nilam asal



Gambar 3.2: Sampel nilam potong



Gambar 3.3: Sampel nilam kisar

Bagi persediaan sampel secara penghancuran kepada saiz yang lebih kecil, sampel dimasukkan ke dalam mesin pengisar habuk gergaji menggunakan Disk Mill FFC-45A. Sampel kemudiannya ditapis dan diayak dengan menggunakan pengayak melalui proses mengukur taburan saiz zarah dengan menggunakan model pengayak bergetar jenis FRITSCH, Idor-Oberstein, Keadaan fizikal pengisar itu sendiri yang menggunakan kuasa sebanyak 11KW, enjin S1105, dengan kadar kelajuan 1455 seminit. Dalam proses pengekstrakan, kadar pengekstrakan dapat ditingkatkan apabila kawasan hubungan antara pelarut dan padu tinggi. Bagi sampel nilam ini, saiz yang dipilih adalah antara 1 hingga 4 mm panjang. Secara keseluruhan jadual 3.1 menunjukkan ringkasan sampel yang akan digunakan dalam kajian ini.

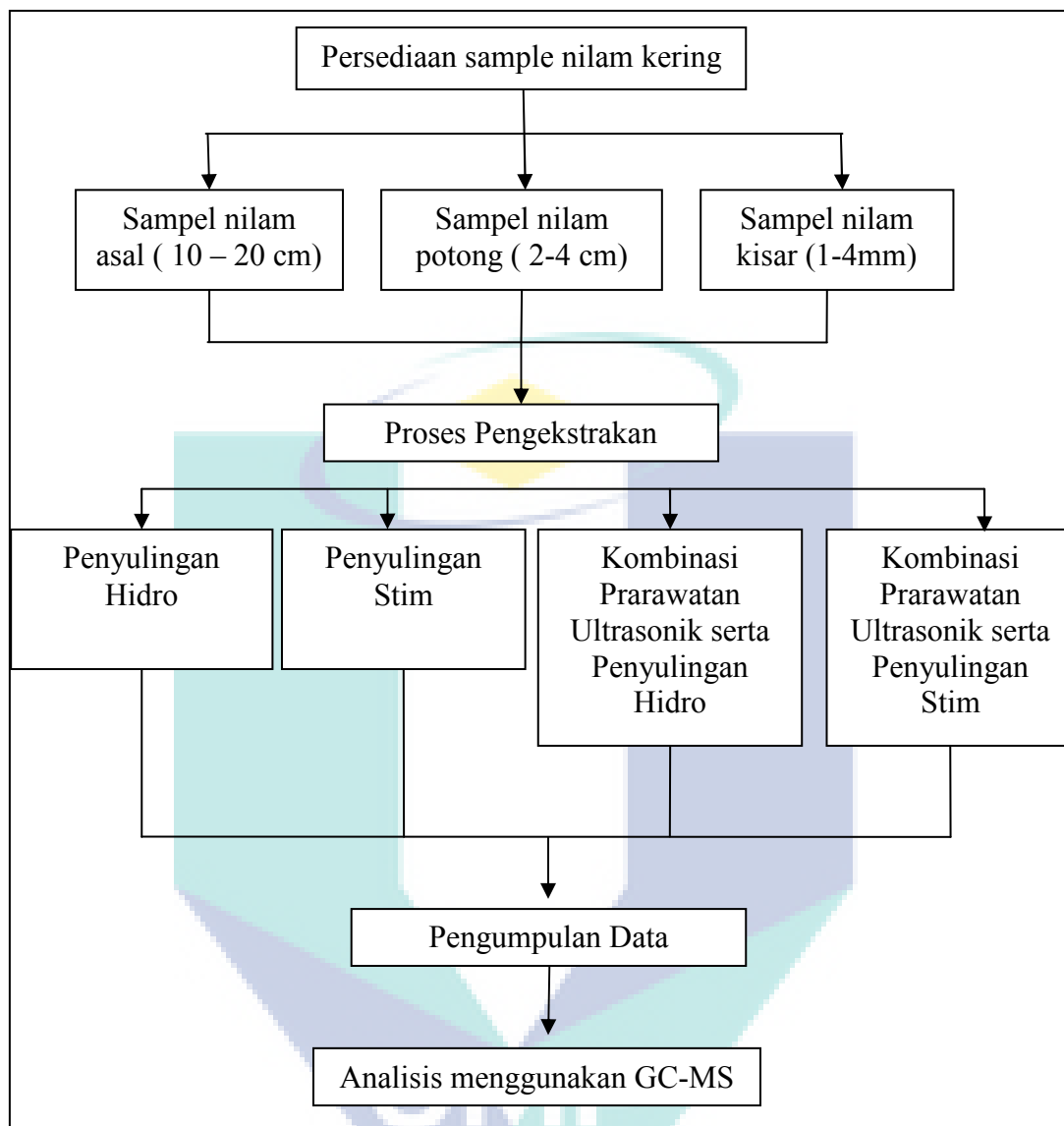
Jadual 3.1: Saiz persediaan sampel nilam

Nama sampel	Ukuran panjang
Asal	10 – 20 cm
Potong	2 - 4 cm
Kisar	1 - 4 mm

3.4 PROSES PENYELIDIKAN KESELURUHAN

Rajah 3.1 menunjukkan gambar rajah blok menyeluruh kerja-kerja eksperimen yang dijalankan. Peringkat awal kajian mengkaji pelbagai kaedah persediaan sampel sama ada pengekstrakan nilam daripada sampel asal, sampel nilam yang telah dipotong ataupun secara dikisar. Kombinasi prarawatan ultrasonik juga dijalankan untuk mengekstrak sampel nilam dalam menentukan kaedah terbaik dalam menghasilkan minyak nilam. Sampel nilam yang disediakan disuling dengan menggunakan dua kaedah penyulingan iaitu melalui penyulingan hidro dan juga penyulingan secara stim. Masa bagi prarawatan sampel melalui ultrasonik adalah ditetapkan selama setengah jam. Atas dasar mengenalpasti kaedah persediaan sampel, keberkesanan menggunakan prarawatan ultrasonik, eksperimen-eksperimen dijalankan untuk mengoptimumkan keadaan dalam memaksimumkan hasil minyak.

Masa pengekstrakan sehingga sepuluh jam ditentukan adalah berdasarkan kepada kajian awal yang mana telah membuktikan bahawa tiada lagi penambahan dalam peratusan minyak nilam yang terhasil. Ini membuktikan bahawa semua minyak nilam telah diekstrak selepas sepuluh jam. Kualiti hasil minyak nilam yang terhasil ini dari ketiga – tiga teknik pengekstrakan berbeza, iaitu penyulingan hidro, penyulingan stim serta kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro dan juga kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan stim di analisis dengan menggunakan GC-MS.



Rajah 3.1: Proses Gerak Kerja

3.5 PENYULINGAN STIM

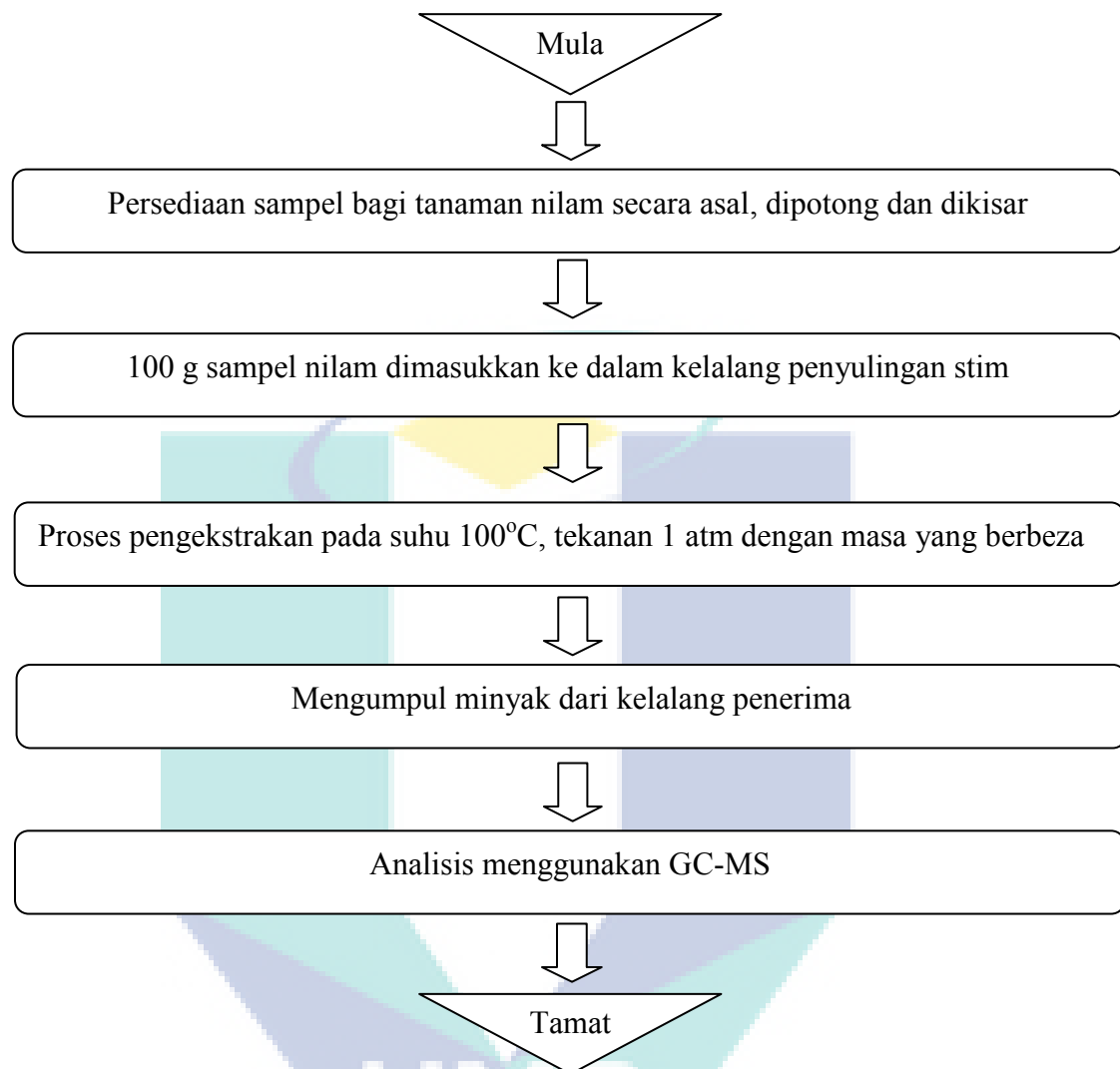
Radas penyulingan stim merupakan sebuah bekas atau dandang yang digunakan untuk menghasilkan stim. Sebuah bekas berupa jaringan yang menempatkan bahan tumbuhan yang akan disuling diletakkan di atas dandang tersebut. Stim yang terhasil memaksa liang tumbuhan membuka dinding dan mengeluarkan minyak yang berada di dalam tumbuhan. Minyak akan dibawa bersama dengan stim yang terhasil. Stim akan bertukarkan menjadi cecair melalui proses kondensasi dalam bentuk campuran minyak

dan air. Minyak nilam yang terhasil ini mudah untuk dipisahkan daripada air kerana minyak nilam mempunyai ketumpatan yang kurang daripada air.

Dalam kajian ini, minyak nilam yang majoritinya adalah alkohol nilam, dikeluarkan pada suhu 100°C dan tekanan pada 1 atm di atas suhu sekitar. Berat sampel nilam kering ditetapkan sebanyak 100 gram. Isipadu air yang dimasukkan ke dalam kelalang pemanas adalah bergantung kepada tempoh masa pemanasan. Hal ini kerana air yang dimasukkan akan bertukar menjadi wap dan semakin berkurang. Minyak pati akan dikumpul dalam sebuah bikar dalam satu fasa cecair dengan bahagian air. Rajah proses keseluruhan ditunjukkan dalam rajah 3.2. Proses pengekstrakan yang menggunakan jenis sampel yang berbeza ini di lakukan untuk selang masa yang berbeza. Jadual 3.2 di bawah menunjukkan ringkasan kerja penyulingan bagi pengambilan data minyak nilam yang terhasil.

Jadual 3.2: Jadual Gerak Kerja Penyulingan Stim

Ekperimen	Sampel bahan	Masa pengestrakan (jam)
A1	Asal	2 jam
A2	Asal	4 jam
A3	Asal	6 jam
A4	Asal	8 jam
A5	Asal	10 jam
B1	Potong	2 jam
B2	Potong	4 jam
B3	Potong	6 jam
B4	Potong	8 jam
B5	Potong	10 jam
C1	Kisar	2 jam
C2	Kisar	4 jam
C3	Kisar	6 jam
C4	kisar	8 jam
C5	Kisar	10 jam



Rajah 3.2: Carta alir penyulingan stim

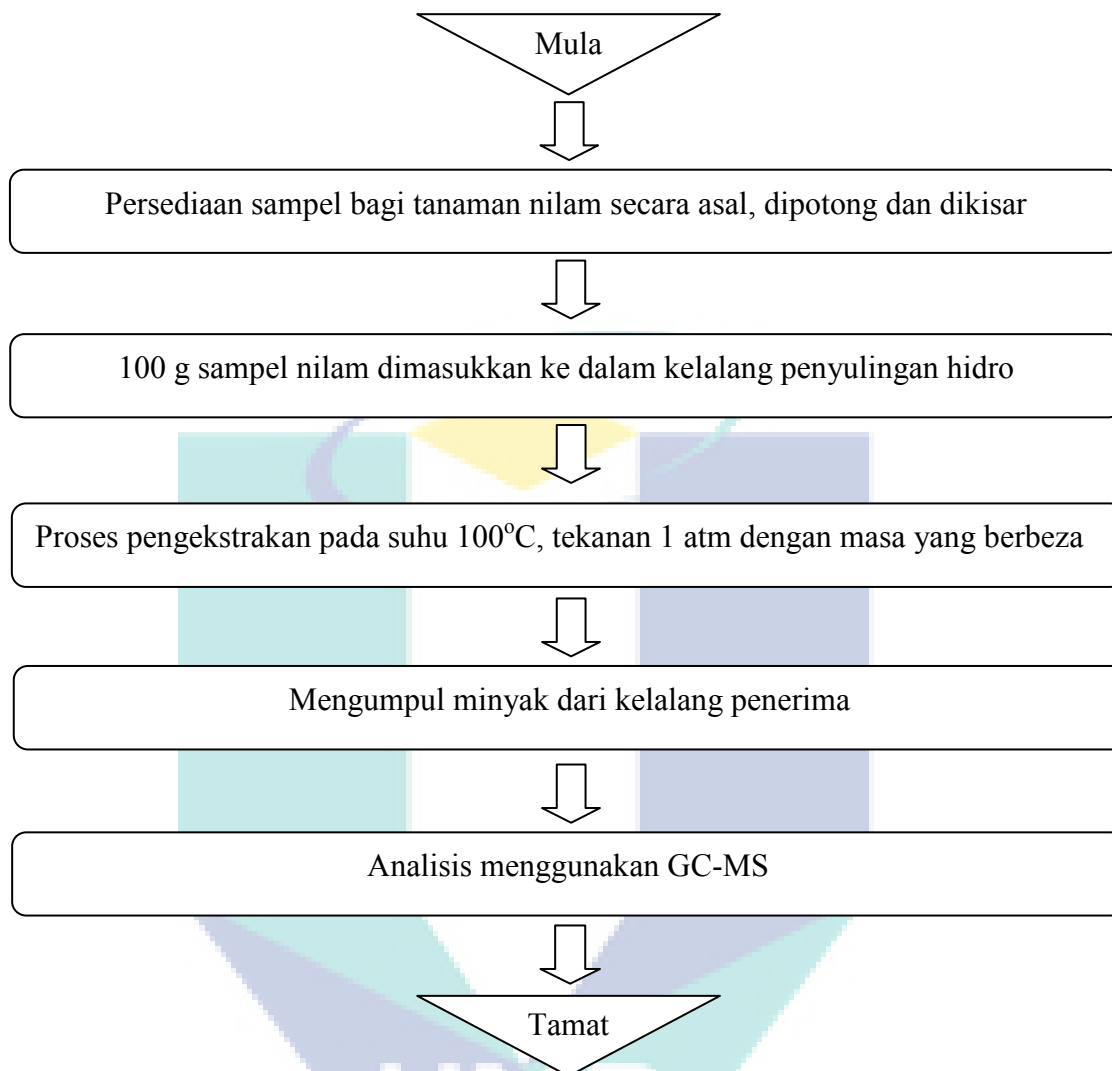
3.6 PENYULINGAN HIDRO

Persediaan sampel nilam disediakan secara keadaan asal, dipotong kepada saiz 2-4 cm dan dikisar. Kemudian, campuran 100 g berat sampel nilam dan 1600 ml air ditetapkan dimasukkan ke dalam kelalang penyulingan. Selepas itu, kelalang tersebut dipanaskan dengan suhu ditetapkan pada 100 °C dan tekanan pada 1 atm. Kerajang aluminium diperlukan untuk menutupi seluruh radas bagi memastikan supaya tidak berlaku kehilangan haba kepada sekeliling.

Minyak pati yang terhasil di dalam kelalang kemudian bertukar menjadi wap. Wap stim dan minyak pati melalui satu proses kondensasi daripada gas kepada cecair. Hasil kondensasi ini mempunyai satu campuran air dan minyak pati dikumpulkan dalam satu kelalang penerima. Di dalam kelalang, ini lapisan minyak pati akan dipisahkan dan disimpan di dalam botol. Langkah yang sama kemudian diulang untuk masa pengekstrakan yang berbeza untuk sampel asal, sampel yang dipotong dan sampel yang dikisar. Rajah 3.3 menunjukkan satu carta aliran proses pengekstrakan minyak nilam manakala jadual 3.3 menunjukkan parameter yang dimanipulasikan semasa eksperimen dijalankan.

Jadual 3.3: Jadual Gerak Kerja Penyulingan Hidro

Ekperimen	Sampel bahan	Masa pengestrakan (jam)
D1	Asal	2 jam
D2	Asal	4 jam
D3	Asal	6 jam
D4	Asal	8 jam
D5	Asal	10 jam
E1	Potong	2 jam
E2	Potong	4 jam
E3	Potong	6 jam
E4	Potong	8 jam
E5	Potong	10 jam
F1	Kisar	2 jam
F2	Kisar	4 jam
F3	Kisar	6 jam
F4	kisar	8 jam
F5	Kisar	10 jam



Rajah 3.3: Carta alir penyulingan hidro

3.7 PRARAWATAN ULTRASONIK

Dalam kajian ini, eksperimen prarawatan ultrasonik dijalankan menggunakan satu bekas ultrasonik jenama Elmasonic S300H Ultrasonic Cleaner/ Htw, Jerman. Sampel nilam telah ditentukan tempoh masa prarawatan ultrasonik ini adalah selama 30 minit. Selepas proses ultrasonik ini dijalankan, penyulingan seterusnya adalah dengan menggunakan kaedah penyulingan hidro.

3.7.1 Masa Prarawatan Ultrasonik

Semua bahan persediaan sampel disediakan untuk proses prarawatan ini. Sampel nilam kering dibahagikan kepada sampel nilam asal, sampel nilam potong dan juga sampel nilam kisar. Eksperimen-eksperimen dijalankan dengan menggunakan frekuensi 35 kHz getaran ultrasonik dengan nisbah sampel terhadap air adalah sebanyak 1:16(berat/isipadu). Semua parameter untuk proses ultrasonik ini dijalankan dengan menetapkan masa getaran ultrasonik adalah selama 30 minit, isipadu air yang digunakan sebanyak 1600 ml dan juga berat setiap sample bahan nilam kering sebanyak 100 gram dengan bahan persediaan sampel yang berbeza. Masa prarawatan ini ditetapkan selama setengah jam adalah untuk mengkaji adakah getaran ultrasonik membantu meningkatkan pengeluaran minyak nilam.

3.7.2 Nisbah Sampel Terhadap Air

Dalam menentukan nisbah sampel terhadap air, eksperimen telah dijalankan dengan 100 gram sampel dan jumlah air sebanyak 1600 ml. Nisbah air ini ditentukan dengan mengambilkira kadar air yang minimum yang boleh menenggelamkan sampel nilam asal. Jumlah air yang digunakan ini adalah sama dengan jumlah air yang digunakan untuk proses penyulingan hidro.

3.8 KOMBINASI PRARAWATAN ULTRASONIK SERTA PENYULINGAN HIDRO DAN PENYULINGAN STIM

Melalui kaedah ini, tumbuhan nilam bercampur dengan bahantara pengekstrakan yang mana medium air digunakan dan selepas itu ianya akan mendedahkan sampel kepada gelombang ultrasonik dalam masa tertentu. Dalam kajian ini masa untuk campuran air dan tumbuhan nilam terdedah kepada getaran ultrasonik telah ditetapkan selama 30 minit. Gelombang ultrasonik akan menghasilkan gelembung dan akan menghasilkan getaran yang mana boleh menembusi dinding sel - sel tumbuhan nilam.

Kemudian, selepas melalui prarawatan ultrasonik, campuran tumbuhan nilam dan air dipindahkan ke dalam radas penyulingan hidro dan proses yang sama juga dilakukan untuk kaedah prarawatan ultrasonik serta penyulingan stim untuk mengekstrak minyak nilam. Rajah 3.4 menunjukkan carta alir kajian ini dengan menggunakan kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro dan penyulingan stim. Sementara itu, jadual 3.4 menunjukkan gerak kerja kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro dan penyulingan stim ditunjukkan di dalam jadual 3.5. Tanaman nilam kering dicampurkan dengan air dan dimasukkan ke dalam bekas ultrasonik dan digetarkan dengan gelombang ultrasonik 37 KHz selama setengah jam bagi setiap sampel nilam yang ada.

Jadual 3.4: Jadual gerak kerja kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro

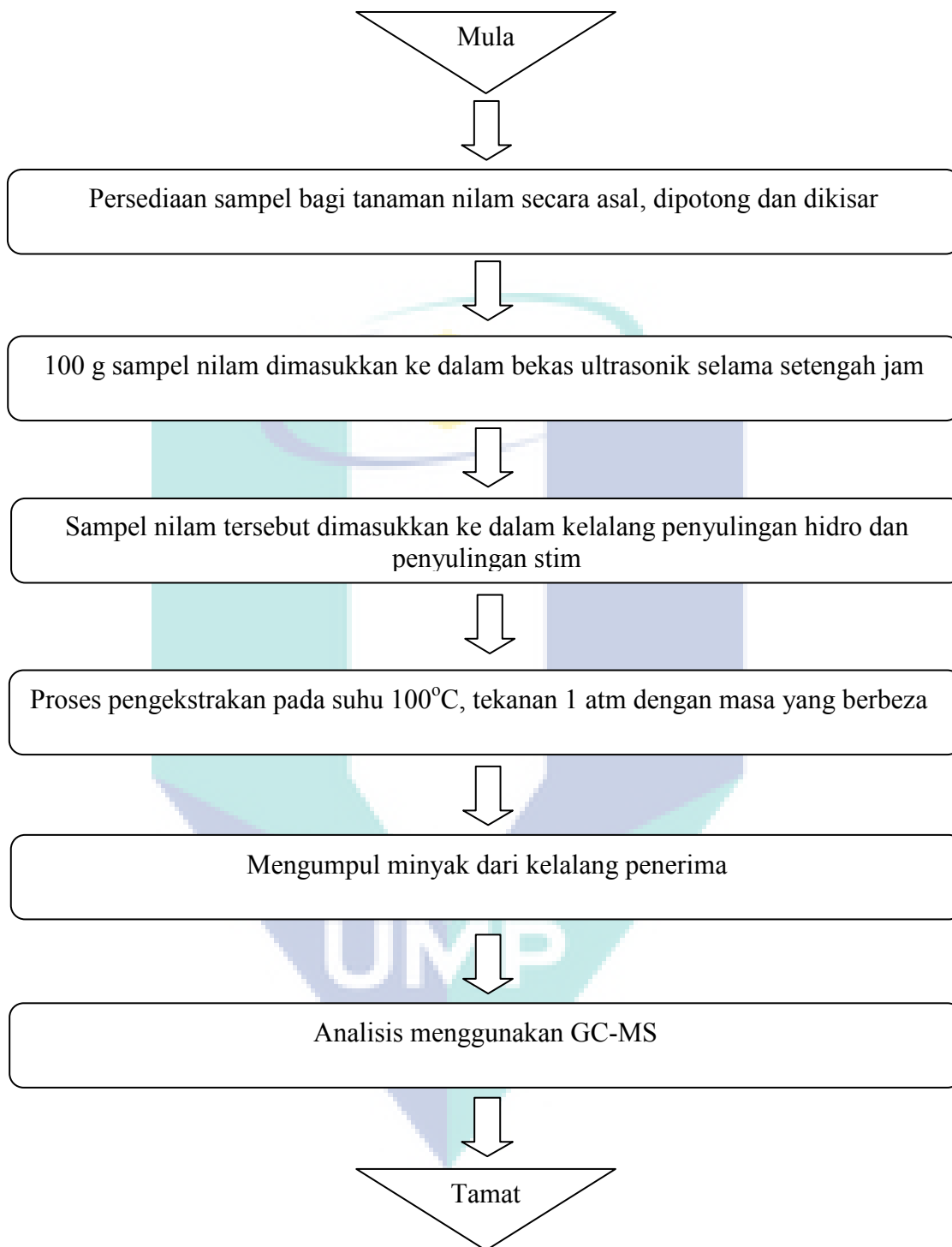
Ekperimen	Jenis Sampel Bahan	Masa pengestrakan (jam)
G1	Asal	2 jam
G2	Asal	4 jam
G3	Asal	6 jam
G4	Asal	8 jam
G5	Asal	10 jam
H1	Potong	2 jam
H2	Potong	4 jam
H3	Potong	6 jam
H4	Potong	8 jam
H5	Potong	10 jam
I1	Kisar	2 jam
I2	Kisar	4 jam
I3	Kisar	6 jam
I4	kisar	8 jam
I5	Kisar	10 jam

Jadual 3.5: Jadual gerak kerja kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan stim

Ekperimen	Jenis Sampel Bahan	Masa pengestrakan (jam)
J1	Asal	2 jam
J2	Asal	4 jam
J3	Asal	6 jam
J4	Asal	8 jam
J5	Asal	10 jam
K1	Potong	2 jam
K2	Potong	4 jam
K3	Potong	6 jam
K4	Potong	8 jam
K5	Potong	10 jam
L1	Kisar	2 jam
L2	Kisar	4 jam
L3	Kisar	6 jam
L4	kisar	8 jam
L5	Kisar	10 jam



UMP



Rajah 3.4: Proses kerja kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro dan penyulingan stim

3.9 PENGUMPULAN DATA

Data dikumpulkan melalui eksperimen dari semua parameter yang telah ditetapkan. Kemudian hasil minyak pati nilam diperolehi menerusi persamaan berikut:

$$\text{Hasil minyak pati (\%)} = \frac{\text{Berat minyak pati terhasil (g)}}{\text{Berat sampel nilam kering (g)}} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

Setiap minyak yang terhasil daripada eksperimen ini akan menjalani prosedur yang sama dalam menentukan berat minyak nilam yang terhasil. 100g sampel tumbuhan nilam ditimbang sebelum dimasukkan kedalam alat penyulingan untuk proses pengekstrakan minyak nilam. Suhu ditetapkan pada 100°C dan minyak nilam mengewap dan bertukar kepada fasa cecair oleh kondenser. Hasil minyak nilam dikumpul pada selang masa yang berbeza iaitu setiap 2, 4, 6, 8 dan 10 jam di dalam kelalang penerima. Eksperimen ini diulang sebanyak tiga kali untuk setiap berat sampel yang berbeza bagi mendapatkan bacaan purata.

3.10 ANALISIS DENGAN KROMATOGRAFI GAS - SPEKTROMETER JISIM (GC-MS)

Kromatografi ialah satu teknik pengasingan bahan kimia secara fizikal yang penting. Teknik ini dapat memisahkan campuran dua atau lebih bahan kimia kepada komponen-komponen yang tulen. Kromatografi gas merupakan salah satu teknik kromatografi yang menggunakan gas sebagai fasa bergerak terbentuk dan sama ada pepejal atau secair sebagai fasa pegun. Setiap molekul yang berbeza akan terjerap kepada fasa pegun dengan kekuatan yang berbeza. Pada masa yang sama, dua molekul yang berlainan juga mempunyai keterlarutan yang berbeza dalam fasa bergerak.

Analisis dengan menggunakan GC-MS ialah untuk memastikan bahawa minyak yang diperolehi dari proses pengekstrakan menerusi proses penyulingan hidro, penyulingan stim dan juga kombinasi prarawatan ultrasonik berserta penyulingan hidro

ialah minyak pati nilam. Dalam kajian ini, GC-MS digunakan untuk menganalisis setiap komponen yang terdapat dalam minyak pati nilam. Sampel akan disuntik ke dalam jarum penyuntik GC-MS dan di biarkan larut untuk seketika. Semasa proses analisis ini, bahan kimia yang terdapat di dalam minyak nilam diasingkan berdasarkan kepada kadar kemeruapan komponen yang terdapat di dalam minyak tersebut minyak tersebut secara terperinci.

Untuk analisis, kromatografi gas digunakan untuk analisis produk yang mana minyak nilam dalam menentukan kuantiti dan unsur-unsur yang terkandung di dalam minyak nilam yang terhasil. Analisis kromatografi gas dijalankan menggunakan peralatan dari jenama Agilent. Penentuan jenis turus yang dipilih adalah penting dalam menganalisis minyak nilam di samping nilai parameter untuk kadar aliran gas pembawa, suhu penyuntik dan pengesan, suhu ketuhar, dan jumlah menyuntik dan nisbah pecahan. (Singh,2002). Analisis dijalankan ialah untuk membuktikan yang minyak yang diestrak benar – benar mengandungi komponen-komponen standard minyak nilam (Hu,2005, Sufriadi, 2004 dan Supawan, 2006)). Gambar 3.4 menunjukkan peralatan GC-MS oleh Agilent Technologies 5975C telah digunakan dalam kajian ini dengan spesifikasi berikut:

- | | |
|-------------------------------|--|
| a) Jenis lajur analisis | : DB-WAX (0.25mm x 0.25 μ m x 30m) |
| b) Panjang turus Length | : 30 m |
| c) Diameter turus | : 0.25 mm |
| d) Fasa Pegun | : <i>5% diphenyl/95% dimetil polysiloxane Polietilenglikol</i> |
| e) Ketebalan Filem (μ m) | : 0.25 |
| f) Suhu program | : 80°C (0.5min), 5°C, 245°C (5min) |
| g) Gas Pembawa | : Helium |
| h) Sampel masukan | : 1 μ l pada nisbah pecahan 1:20 |
| i) Halaju Turus | : 1.0 ml/minit |
| j) Em voltan | : 70 eV |
| k) Mod | : EI |
| l) Jarak Pengesan | : 40 – 550 amn |

m) Suhu sumber ion : $250^{\circ}\text{C} - 280^{\circ}\text{C}$

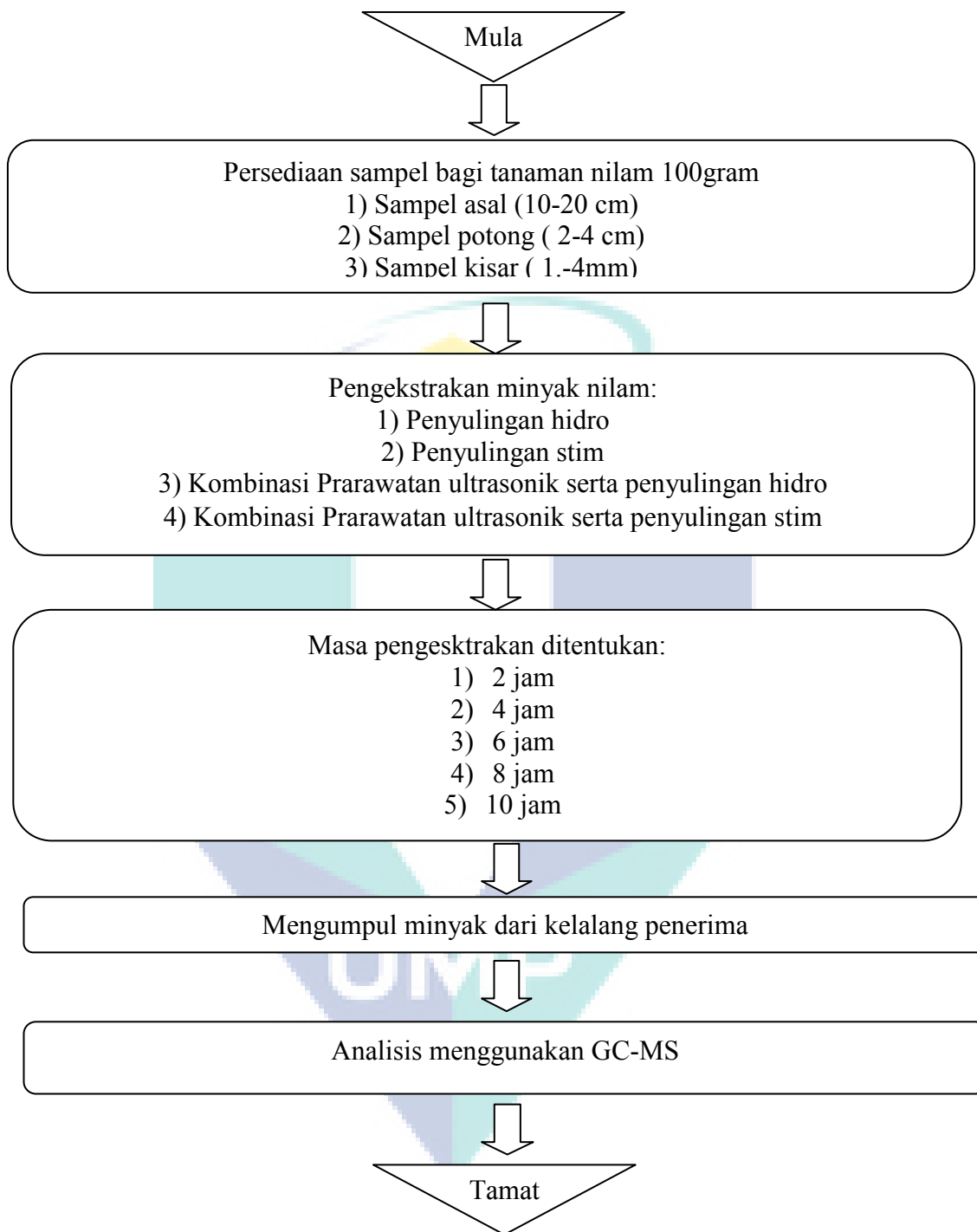


Gambar 3.4: Kromatografi Gas Spektrometer Jisim (GC-MS) Agilent

3.11 PROSES KESELURUHAN PENGEKSTRAKAN MINYAK PATI NILAM

Secara keseluruhannya, proses pengekstrakan minyak nilam diterangkan dengan jelas menerusi rajah 3.5 berikut.

UMP



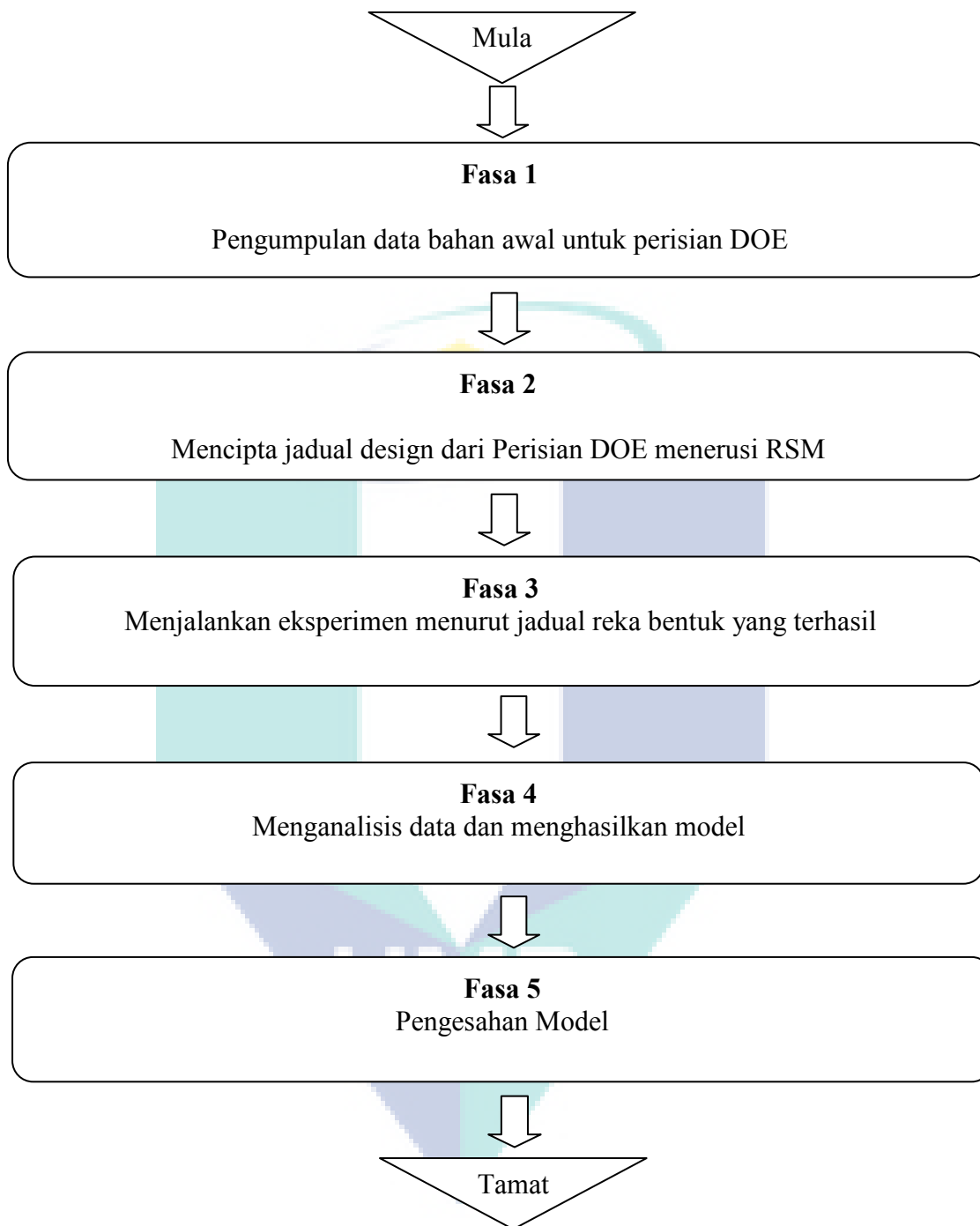
Rajah 3.5: Proses keseluruhan pengekstrakan minyak nilam

3.12 *DESIGN OF EXPERIMENT (DOE)*

Penyelidikan ini melibatkan data simulasi untuk mengoptimumkan proses pengekstrakan. Dalam kajian ini pula, parameter hanya difokuskan kepada pencarian suatu nilai maksimum proses pengekstrakan. Pengumpulan data awal yang diperolehi daripada parameter seperti keadaan operasi pengekstrakan, nilai input pembolehubah yang digunakan adalah masa dan berat bahan awal, output atau nilai response yang menghasilkan peratusan dalam peratus berat minyak nilam. Apabila setiap proses memilihan data ataupun nilai yang paling optimum telah dikenalpasti, data tersebut kemudiannya digunakan ke dalam perisian *Design Of Experiment (Design Expert™ 7)* untuk menghasilkan proses yang maksima dan mengenalpasti pembolehubah input serta dilengkapi dengan cadangan jumlah percubaan yang perlu dijalankan untuk dilakukan proses analisis. Setelah percubaan semua selesai, data yang diperolehi daripada eksperimen sebelumnya dimasukkan ke dalam DOE untuk menyelesaikan analisis dan seterusnya menghasilkan beberapa percubaan untuk menentukan nilai maksima untuk proses pengekstrakan ini. Rajah 3. 6 menunjukkan aliran ringkas dari kajian ini.

The logo of Universiti Malaysia Perlis (UMP) is a large, downward-pointing triangle. It is divided into four quadrants by a vertical and a horizontal line that meet at the center. The top-left and bottom-right quadrants are light blue, while the top-right and bottom-left quadrants are light purple. The letters 'UMP' are printed in a bold, white, sans-serif font across the center of the triangle.

UMP



Rajah 3.6: Aliran proses kerja DOE

3.12.1 Fasa 1: Pengumpulan Data Awal

Data awal diperolehi untuk menetapkan pelbagai kemungkinan parameter yang perlu dimasukkan bagi tujuan untuk dimaksimumkan oleh sistem. Dalam kajian ini ada dua input parameter yang perlu dioptimumkan iaitu masa pengestrakan dan berat herba nilam. Penerangan mengenainya dijelaskan seperti yang berikut:

a) Masa pengekstrakan - merupakan satu nilai optimum dalam tempoh pengekstrakan yang boleh digunakan untuk mengekstrak minyak nilam. Bagi kajian ini masa yang akan ditentukan adalah diantara 2,4,6,8 ataupun 10 jam menerusi kaedah penyulingan yang terbaik antara penyulingan hidro, penyulingan stim dan juga kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro dan penyulingan stim.

b) Berat bahan mentah – menentukan berat yang paling optimum berdasarkan masa yang telah ditentukan. Antara berat bahan yang ditentukan adalah sebanyak 50, 100, 150 dan 200 gram sampel nilam kering.

3.12.2 Fasa 2: Membuat Jadual Design

Dalam fasa ini, kaedah *Design of Experiment* (DOE) ditentukan mengikut jenis tujuan percubaan. Dalam kajian ini tujuannya adalah untuk mengoptimumkan parameter yang dipilih dan untuk memaksimumkan pengeluaran hasil minyak. Kaedah DOE yang dipilih adalah *Response Surface Methodology* (RSM) kerana sesuai dengan tujuan percubaan. RSM dipilih, bersama-sama dengan jumlah parameter dan jumlah response atau output. Level tinggi dan rendah untuk setiap parameter ditetapkan agar sesuai dengan rentang masa yang telah disahkan untuk percubaan. Peringkat tinggi dan tahap rendah adalah tahap maksimum dan minimum untuk setiap parameter hendaklah dimasukkan ke dalam perisian RSM. Dalam percubaan ini, dua parameter diambil sebagai parameter yang dimalarkan yang akan memaksimumkan proses pengekstrakan dengan anggaran masa pengekstrakan (jam) dan berat bahan nilam kering (kg) dengan anggaran dari 50 gram hingga 200 gram. Perisian RSM akan menyarankan sejumlah

percubaan bersama-sama dengan parameter dan pembolehubah yang sesuai untuk setiap kali percubaan bagi mendapatkan nilai maksima proses pengekstrakan tersebut.

3.12.3 Tahap 3: Percubaan Rekabentuk yang terhasil.

Percubaan eksperimen yang terhasil daripada RSM ini perlu dilakukan secara manual mengikut jumlah dan parameter input seperti yang disarankan oleh RSM. Dalam eksperimen ini, kaedah penyulingan yang terbaik akan digunakan untuk mengekstrak minyak pati dari tanaman nilam dalam menentukan tahap maksima minyak nilam yang terhasil.

3.12.4 Tahap 4: Analisis

Analisis dilakukan selepas semua percubaan selesai dijalankan dan semua keputusan yang diperolehi dimasukkan kedalam perisian RSM yang tersedia. Analisis dilakukan dengan menggunakan perisian RSM dan akan menghasilkan modelnya tersendiri.

3.12.5 Tahap 5: Validasi atau Pengesahan Model

Validasi model yang terhasil perlu dibuat dengan menjalankan eksperimen dengan nilai maksima yang diperolehi daripada perisian RSM tersebut. Sebuah model yang terbentuk boleh digunakan sekiranya keputusan eksperimen dilakukan itu mendapat jumlah minyak yang sama dengan cadangan daripada perisian RSM. Sekiranya nilai yang dicadangkan itu diperolehi menerusi eksperimen nyata, model tersebut boleh diterima pakai.

BAB EMPAT

KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

4.1 PENDAHULUAN

Dalam rangka memberikan pemahaman yang jelas tentang keputusan kajian, bab ini disusun mengikut aturan di mana perbincangan dimulakan dengan memfokuskan kepada kajian kesan persediaan sampel terhadap hasil ekstrak dari empat proses pengekstrakan berbeza iaitu penyulingan stim, penyulingan hidro dan kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro dan penyulingan stim. Kaedah persiapan sampel yang terbaik dipilih berdasarkan hasil minyak yang tertinggi diperolehi dalam tempoh yang tersingkat dan seterusnya kaedah persiapan sampel ini digunakan di dalam semua ujikaji yang dijalankan bagi mengenal pasti kaedah pengekstrakan terbaik disamping mengkaji kesan pembolehubah masa di dalam mempengaruhi kecekapan kaedah pengekstrakan yang dijalankan. Di dalam menentukan keadaan operasi optima yang dapat mengeluarkan hasil yang tertinggi di dalam jangkamasa yang terbaik, kaedah RSM telah digunakan dengan aplikasi perisian DOE. Dalam rangka untuk memastikan kesahihan data, setiap ujikaji diulang sebanyak 3 kali dengan tahap ralat boleh diterima dalam $\pm 5\%$.

4.2 KESAN PENYEDIAAN SAMPEL DAN MASA PENGEKSTRAKAN TERHADAP PENGELUARAN MINYAK PATI NILAM

Walaupun negara Indonesia memonopoli sekitar 75% hingga 90 % pasaran minyak pati nilam dunia (Sumangat dan Risfaheri,1998 dan Deperindag, 1993), tetapi kualiti minyak pati nilam yang diperolehi dan didagangkan adalah pelbagai dan tidak dapat dikawal. Di antara penyumbang terbesar yang dikesan mempengaruhi kualiti minyak pati yang terhasil, adalah kaedah persediaan sampel yang tidak konsisten, serta harga minyak pati nilam yang tidak menentu di pasaran dunia. Oleh kerana itulah kajian ini di buat bagi mengatasi permasalahan yang dihadapi oleh pengeluar.

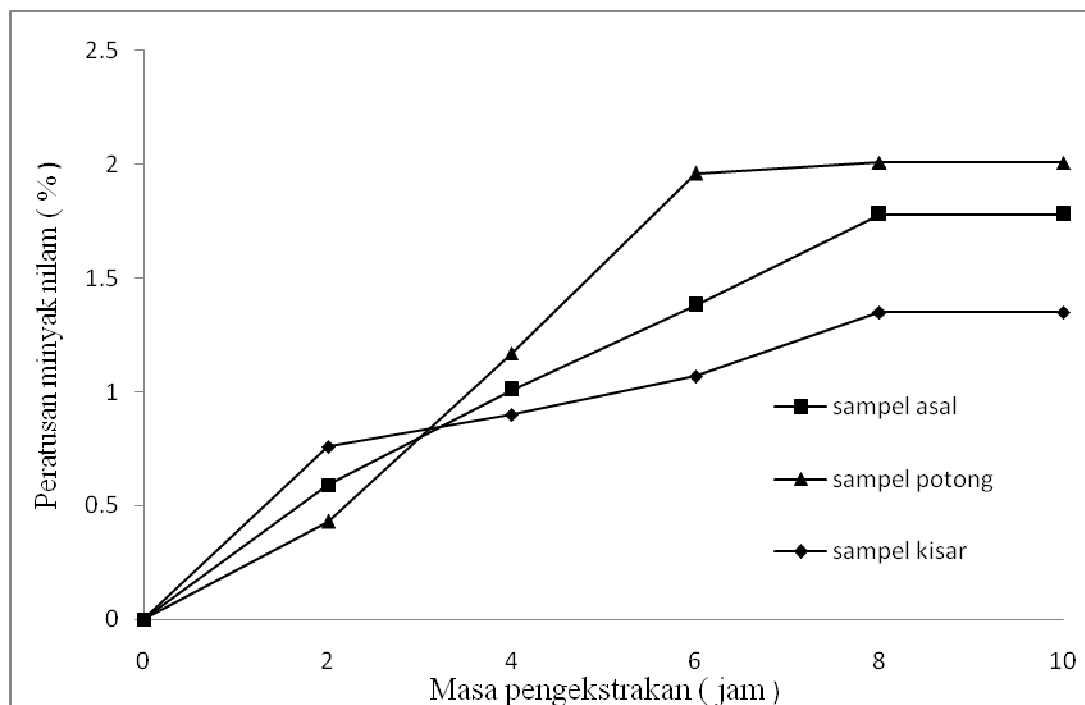
Minyak nilam dihasilkan melalui kaedah pengekstrakan secara penyulingan. Sebelum proses penyulingan berlaku, dilakukan persediaan terhadap tumbuhan nilam yang akan disuling. Persediaan tersebut dilakukan dengan pengecilan saiz. Pengecilan ukuran saiz bermaksud membahagikan suatu bahan padat menjadi bahagian - bahagian yang lebih kecil dengan menggunakan teknik mekanis yang mana bergantung kepada besarnya saiz bahan padat yang terhasil. Dalam konteks ini bahan padat terhasil yang dimaksudkan adalah tumbuhan nilam yang telah dikeringkan yang mana berukuran antara 10 - 20 cm panjang dan lebar antara 2 – 4 cm. Pengecilan saiz ini dibezakan dengan dua kaedah iaitu pengecilan kasar iaitu memecahkan sifat asal tumbuhan nilam kepada saiz yang lebih kecil iaitu kepada 2 - 4 cm dengan cara memotong dan kaedah kedua adalah secara pengecilan halus iaitu dengan cara mengisar tumbuhan nilam kepada saiz yang lebih kecil berukuran 1 - 4 mm.

Oleh sebab itu juga, kajian ini menekankan tentang keberkesanan teknik pengecilan saiz sampel dengan membandingkan sampel kawalan iaitu sampel nilam asal yang diperolehi terus daripada proses pengeringan terhadap pengecilan saiz sampel tumbuhan nilam kering kepada 2-4 cm panjang di namakan sampel potong dan juga sampel nilam yang telah dikisar halus berukuran antara 1-4 mm terhadap pengeluaran minyak pati nilam.

Pengekstrakan pati nilam dari sampel asal, sampel potong dan sampel kisar adalah dengan menggunakan tiga kaedah pengekstrakan yang berbeza iaitu penyulingan stim, penyulingan hidro dan kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro, dengan variasi masa pengekstrakan antara dua jam hingga sepuluh jam. Dalam kajian ini, analisis kuantitatif dari pengekstrakan minyak nilam dijalankan terhadap pengaruh masa pengekstrakan dan berat minyak pati nilam yang terhasil daripada proses pengekstrakan. Peratusan minyak pati nilam yang terhasil dikira dengan menggunakan persamaan 1 dalam bab yang terdahulu. Bagi memastikan data yang diperolehi dari proses pengekstrakan ini menggambarkan keadaan sebenar proses pengekstrakan yang dikaji, setiap ujikaji diulang sebanyak tiga kali bagi mendapatkan purata hasil yang diperolehi.

4.2.1 Penyulingan Hidro

Rajah 4.1 menggambarkan kesan persediaan sampel serta pengaruh masa pengekstrakan terhadap hasil ekstrak minyak nilam, di dalam proses penyulingan hidro. Seperti yang dijangkakan, masa pengekstrakan memberi kesan positif terhadap hasil minyak nilam yang terekstrak, iaitu masa pengekstrakan adalah berkadar terus dengan peratus hasil pengekstrakan, di mana secara amnya, hasil ekstrak meningkat dengan peningkatan masa pengekstrakan sehingga mencapai tahap maksima pengekstrakan, pada 8 jam, bila mana peningkatan masa pengekstrakan selanjutnya tidak berupaya untuk meningkatkan lagi hasil ekstrak yang dikumpul. Sementara itu, secara amnya, sampel potong memberikan hasil ekstrak yang tertinggi, di ikuti oleh sampel asal dan sampel kisar.



Rajah 4.1 : Pengaruh masa pengekstrakan di dalam penyulingan hidro terhadap peratusan minyak nilam yang terhasil bagi pelbagai kaedah persediaan sampel .

Dari graf di atas dapat dilihat dengan jelas bahawa terdapat tiga fasa hubungkait antara peratusan minyak pati nilam yang terhasil dan masa pengekstrakan. Fasa pertama melibatkan 2 jam yang pertama di mana, dapat dilihat bahawa hasil pengekstrakan meningkat dengan mendadak bagi sampel kisar, diikuti oleh sampel asal. Sampel potong, bagaimanapun menunjukkan kadar pengekstrakan yang terendah pada 2 jam yang pertama. Pada fasa kedua, iaitu antara jam ke 2 hingga jam ke 8, sampel kisar menunjukkan penurunan kadar pengekstrakan yang secara langsung memperlambatkan peningkatan peratus hasil ekstrak. Manakala sampel asal menunjukkan sedikit penurunan kadar pengekstrakan di dalam fasa kedua ini. Berbeza dengan yang lain, sampel potong menunjukkan peningkatan kadar pengekstrakan yang mendadak di dalam fasa kedua ini. Pada fasa ketiga, kesemua sampel menunjukkan keadaan maksima di mana tiada lagi peningkatan peratus minyak pati nilam bila masa pengekstrakan dilanjutkan.

Bagi masa pengekstrakan yang pendek, 2 jam, sampel nilam kasar mengeluarkan minyak pati nilam tertinggi iaitu sebanyak 0.76% berbanding sampel nilam asal (0.59%) dan sampel potong (0.43%). Kadar pengekstrakan untuk sampel nilam kasar adalah sebanyak 0.38 % /jam diikuti sampel nilam asal 0.30 % /jam dan bagi sampel nilam potong hanya sebanyak 0.22 % /jam. Tetapi selepas jam yang ke 2 hingga jam ke 8, didapati sampel nilam potong mencatatkan kenaikan mendadak dengan peratusan minyak pati nilam sebanyak 2.01% berbanding 1.78% bagi sampel asal dan 1.35% bagi sampel kasar. Kadar pengekstrakan bagi sampel nilam potong meningkat dari hanya 0.22% /jam bagi 2 jam yang pertama, kepada 0.40% /jam bagi jam ke 2 hingga jam ke 6 pengekstrakan seterusnya. Bagi sampel nilam asal kadar pengekstrakan bagi fasa kedua menurun sedikit kepada 0.19% /jam, sementara kadar pengekstrakan bagi sampel kasar di dalam fasa kedua ini menurun kepada 0.11% /jam.

Peningkatan masa pengekstrakan melebihi lapan jam, tidak dapat meningkatkan lagi hasil minyak nilam yang terekstrak, menunjukkan keupayaan maksima yang tercapai oleh sistem tersebut. Sampel kasar menunjukkan nilai maksima sebanyak 1.35%, manakala sampel asal pula menunjukkan nilai maksima sebanyak 1.78%. Berbeza dari kedua-dua sampel di atas, sampel potong mencapai maksima pada masa pengekstrakan sekitar tujuh jam, dengan nilai maksima sebanyak 2.01%. Perbezaan nilai maksima dan kadar pengekstrakan bagi setiap sampel yang berbeza cara persiapannya menunjukkan bahawa cara persiapan sampel memberikan pengaruh yang besar di dalam pengekstrakan sesuatu sampel, walaupun menggunakan kaedah pengekstrakan yang sama.

Sampel asal merujuk kepada sampel yang tidak dipotong di mana daun masih terlekat utuh pada ranting. Semasa pengekstrakan (penyulingan hidro), kebanyakan daun dan ranting terendam di dalam air (melebihi 90% di awal proses pengekstrakan). Sentuhan yang baik antara sampel dengan medium pengekstrakan (air) di awal proses, membantu meningkatkan hasil ekstrak minyak pati nilam yang terkumpul. Rajah 4.1 jelas menunjukkan di awal pengekstrakan, pada fasa satu (kurang dari 3 jam), kadar pengekstrakan bagi sampel asal adalah secara relatifnya lebih tinggi berbanding dengan

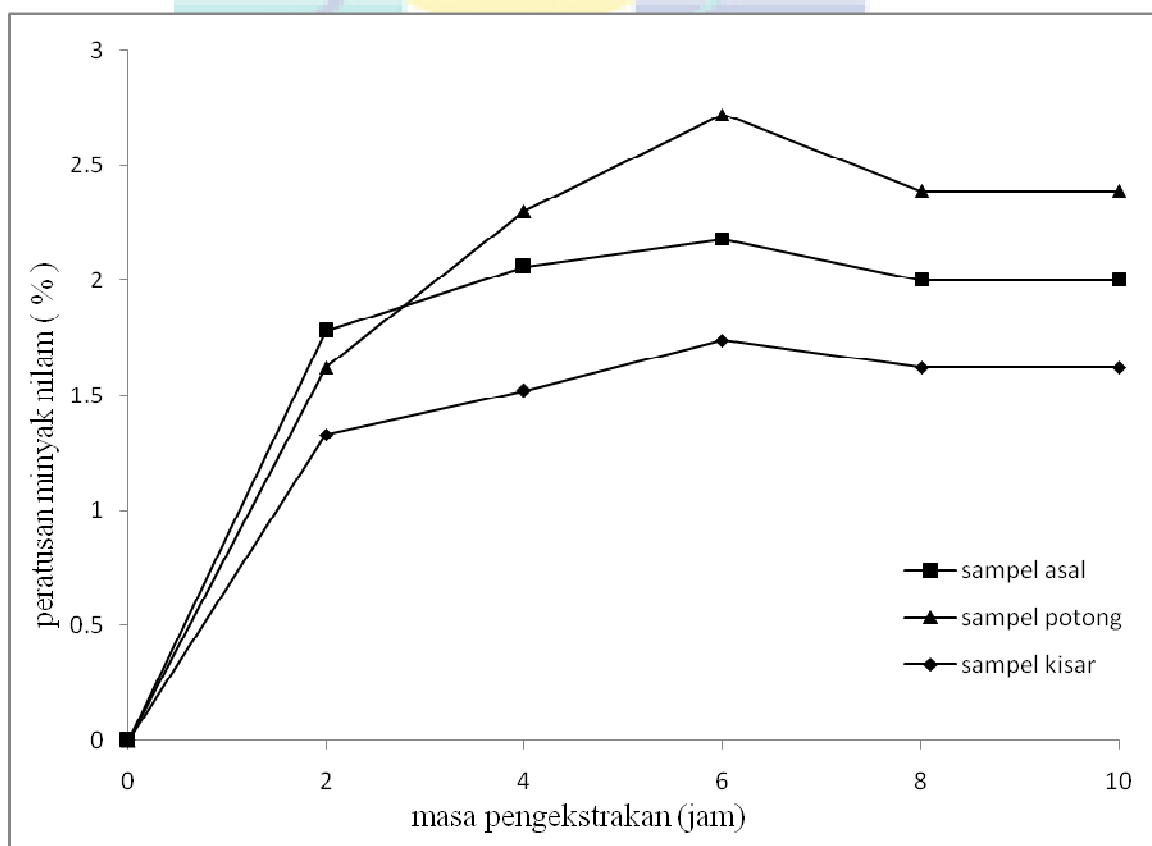
sampel potong. Bagi sampel potong, pada peringkat awal pengekstrakan, hampir keseluruhan sampel terapung di atas permukaan air. Keadaan ini mengakibatkan pengurangan luas permukaan sampel yang bersentuhan dengan air. Proses pelembapan kesemua permukaan sampel potong mengambil masa lebih dari 2 jam. Keputusan yang dipaparkan dalam Rajah 4.1 jelas menunjukkan fenomena pengurangan luas permukaan sampel yang bersentuhan dengan air yang menjejaskan proses pengekstrakan berjalan dengan berkesan bagi sampel potong. Apabila masa pengekstrakan melebihi 2 jam, kesemua sampel telah terendam sepenuhnya di dalam air. Oleh yang demikian, pengekstrakan dapat berlaku dengan berkesan sekali, di mana luas permukaan yang besar akan meningkatkan peratusan minyak nilam yang terekstrak, seperti yang dapat dilihat di dalam fasa kedua di atas, di mana sampel potong menunjukkan peningkatan kadar pengekstrakan yang mendadak dan menghasilkan ekstrak yang tertinggi.

Bagi sampel kasar, luas permukaan sampel meningkat, melebihi luas permukaan yang diperolehi dari sampel potong. Secara teorinya, sampel kasar akan memberikan keputusan yang lebih baik berbanding sampel potong. Walaubagaimanapun, Rajah 4.1 menunjukkan sedikit perbezaan dari jangkaan. Pada fasa pertama, bagi masa pengekstrakan kurang dari 3 jam, sampel kasar menunjukkan hasil ekstrak yang tertinggi. Hal ini konsisten dengan sifat sampel kasar yang menawarkan luas permukaan yang tertinggi berbanding sampel asal dan sampel potong.

Walaubagaimanapun, pada fasa kedua, sampel kasar menunjukkan penurunan kadar pengekstrakan yang ketara sebelum mencapai tahap pengekstrakan maksima pada masa pengekstrakan 8 jam. Keputusan ini lebih terarah mengesyorkan kebanyakan minyak nilam telah terbebas semasa aktiviti pengisaran dijalankan. Oleh yang demikian, di awal proses pengekstrakan, minyak pati nilam dengan mudah terlerai dari sampel. Nilai maksima yang terendah, yang diperolehi dari sampel kasar mengesyorkan berlakunya kehilangan minyak pati nilam semasa proses pengisaran, di mana mengakibatkan beberapa titisan minyak yang terbebas dari kelenjar melekat di permukaan dinding dalaman mesin pengisar.

4.2.2 Penyulingan Stim

Rajah 4.2 menunjukkan data yang diperolehi dari pengekstrakan minyak pati nilam secara penyulingan stim bagi tiga kaedah persediaan sampel yang dikaji, sampel asal, sampel potong dan sampel kisar. Secara keseluruhan, hasil ekstrak yang terkumpul adalah lebih tinggi berbanding hasil ekstrak yang diperolehi dari penyulingan hidro, bagi ketiga-tiga sampel.



Rajah 4.2 : Pengaruh masa pengekstrakan di dalam penyulingan stim terhadap peratusan minyak nilam yang terhasil bagi pelbagai kaedah persediaan sampel.

Bagi ke semua jenis sampel, hasil ekstrak tertinggi diperolehi pada masa pengekstrakan 6 jam, di mana sampel potong merekodkan hasil tertinggi, 2.72%, diikuti oleh sampel asal sebanyak 2.18% manakala sampel kisar mencatatkan perolehan sebanyak 1.74%. Berbanding dengan keputusan yang dicatatkan di dalam penyulingan

hidro, penyulingan stim mampu mengeluarkan hasil ekstrak minyak nilam antara 22% hingga 35% lebih tinggi dari hasil yang diperolehi dari penyulingan hidro.

Ini menunjukkan bahawa penyulingan stim lebih sesuai digunakan untuk mengekstrak minyak nilam dari sampel tumbuhan patchouli, berbanding penyulingan hidro. Penemuan ini selari dengan cadangan yang diberikan di dalam kajian literatur di mana tumbuhan berdaun yang mengandungi minyak pati berat lebih sesuai di ekstrak menggunakan penyulingan stim (Mauludi dan Asman, 2005 dan Guenther, 1987). Bagi minyak pati ringan pula, yang pada kebiasaannya terdapat di bahagian batang, lebih sesuai diekstrak melalui kaedah penyulingan hidro.

Minyak pati terekstrak dari liang-liang serta dinding sel apabila permukaan sampel pepejal bersentuhan dengan stim. Di dalam penyulingan hidro, apabila air mendidih, gelembung-gelembung wap terbentuk dan menyentuh permukaan pepejal yang terendam di dalam air, sebelum dibebaskan ke fasa gas di atas. Oleh yang demikian, permukaan pepejal hanya disentuh sebahagian oleh gelembung stim, sementara selainnya adalah bersentuhan dengan fasa air. Berlainan pula halnya dengan penyulingan stim, di mana ke semua permukaan pepejal terdedah kepada fasa gas dan bersentuhan sepenuhnya dengan wap yang terhasil. Di samping itu, suhu wap yang terhasil dan bersentuhan dengan sampel pepejal, adalah lebih tinggi berbanding suhu di permukaan pepejal yang terendam di dalam air semasa proses penyulingan hidro. Suhu yang tinggi (melebihi 100°C) meningkatkan daya pacu untuk minyak pati keluar dari sel-sel di dalam daun.

Pengekstrakan minyak pati ringan lebih sesuai menggunakan penyulingan hidro kerana sampel kayu yang dikisar sebelum proses pengekstrakan mempunyai kecenderungan untuk menggumpal apabila melalui proses penyulingan stim. Fenomena ini akan mengurangkan luas antara-muka pepejal yang bersentuhan dengan stim. Di dalam penyulingan hidro, sampel terendam sepenuhnya di dalam air. Apabila air mendidih, peronggaan gelembung-gelembung stim akan meleraikan gumpalan serbuk

kayu tersebut. Ini membantu memastikan sentuhan yang baik di antara pepejal, cecair dan gelembung stim berlaku.

Seperti mana penyulingan hidro, data dari penyulingan stim yang diplot di dalam Rajah 4.2 juga menunjukkan terdapatnya beberapa fasa yang nyata (empat fasa bagi penyulingan stim). Fasa pertama melibatkan 2 jam pertama proses pengekstrakan di mana kadar pengekstrakan adalah yang tertinggi. Di dalam fasa pertama ini, sampel asal menunjukkan kadar pengekstrakan tertinggi, 0.89 %/jam, diikuti oleh sampel potong, 0.81 %/jam, dan yang terendah adalah sampel kasar, pada kadar 0.67 %/jam.

Kadar pengekstrakan yang tinggi bagi ke semua sampel pada fasa pertama ini adalah disebabkan oleh perbezaan kepekatan yang tinggi di antara-muka pepejal dan gas di awal proses pengekstrakan, yang secara langsung meningkatkan daya pacu bagi pindah jisim. Sampel asal menunjukkan kadar pengekstrakan yang tertinggi berbanding sampel potong dan sampel kasar kerana keadaan fizikal sampel asal yang berongga, bebas dan tidak padat, membolehkan stim bersentuhan dengan permukaan daun dan batang dengan baik. Sentuhan yang baik ini membolehkan minyak nilam terekstrak dengan berkesan. Sampel potong, walaupun mempunyai keluasan permukaan yang lebih besar berbanding sampel asal, tetapi disebabkan susunan potongan sampel daun yang padat dan bertindih, menghalang stim untuk menyentuh keseluruhan luas permukaan yang disediakan oleh sampel potong. Ini memberi kesan langsung terhadap proses pengekstrakan pada fasa pertama, di mana sampel potong menunjukkan kadar pengekstrakan yang lebih rendah berbanding dengan sampel asal walaupun mempunyai keluasan permukaan yang lebih tinggi.

Sampel kasar juga menunjukkan fenomena yang sama seperti sampel potong, cuma pada darjah yang lebih tinggi. Ini adalah disebabkan oleh faktor penyumbatan laluan stim di dasar penampung sampel. Sampel diletakkan di atas jaring halus dan ditempatkan di dalam kelalang pengekstrak yang berada di atas kelalang penghasilan stim. Penyumbatan liang-liang pada jaring halus tersebut semasa pengekstrakan sampel kasar, menghalang stim dari melalui ruang di antara partikel-partikel halus. Hal ini

memberikan kesan yang amat ketara kepada proses pengekstrakan sampel kisar di mana berlaku pengurangan luas permukaan sentuhan yang secara langsung menyebabkan kadar pengekstrakan adalah yang terendah berbanding dengan sampel asal mahupun sampel potong pada fasa pertama.

Pada fasa kedua, antara jam ke 2 hingga jam ke 6, ke semua sampel menunjukkan pengurangan kadar pengekstrakan. Kadar pengekstrakan bagi sampel asal mengurang kepada 0.1 %/jam. Sampel kisar juga menunjukkan pengurangan kadar pengekstrakan kepada 0.1 %/jam. Kedua-dua sampel ini menunjukkan pengurangan kadar pengekstrakan yang besar, iaitu sebanyak 89% bagi sampel asal, dan 85% bagi sampel kisar, masing-masing. Kadar pengekstrakan bagi sampel potong mengurang kepada 0.28 %/jam pada fasa kedua, dengan peratus pengurangan sebanyak 66%.

Pengurangan kadar pengekstrakan ini berlaku disebabkan oleh pengurangan daya pacu pindah jisim dari permukaan pepejal ke fasa gas. Hal ini berpunca dari pengurangan perbezaan kepekatan antara-muka pepejal dan gas selepas beberapa jam pemindahan jisim berlaku. Fenomena ini adalah dijangkakan dan pengurangan kadar pengekstrakan akan berterusan sehingga tiada lagi minyak nilam yang dapat diekstrak dari sampel pepejal. Bagi sampel potong, pengurangan kadar pengekstrakan tidak sebanyak pengurangan yang di alami oleh sampel asal mahupun sampel kisar. Ini adalah kerana selepas 2 jam pengekstrakan, penembusan stim melalui timbunan potongan sampel daun nilam menyebabkan pemeluwapan stim berlaku dengan banyak dan membasahi permukaan pepejal. Secara tidak langsung, sentuhan cecair panas ini membantu pengekstrakan minyak nilam dari permukaan pepejal, dan seterusnya di bawa ke kondenser di atas oleh aliran stim.

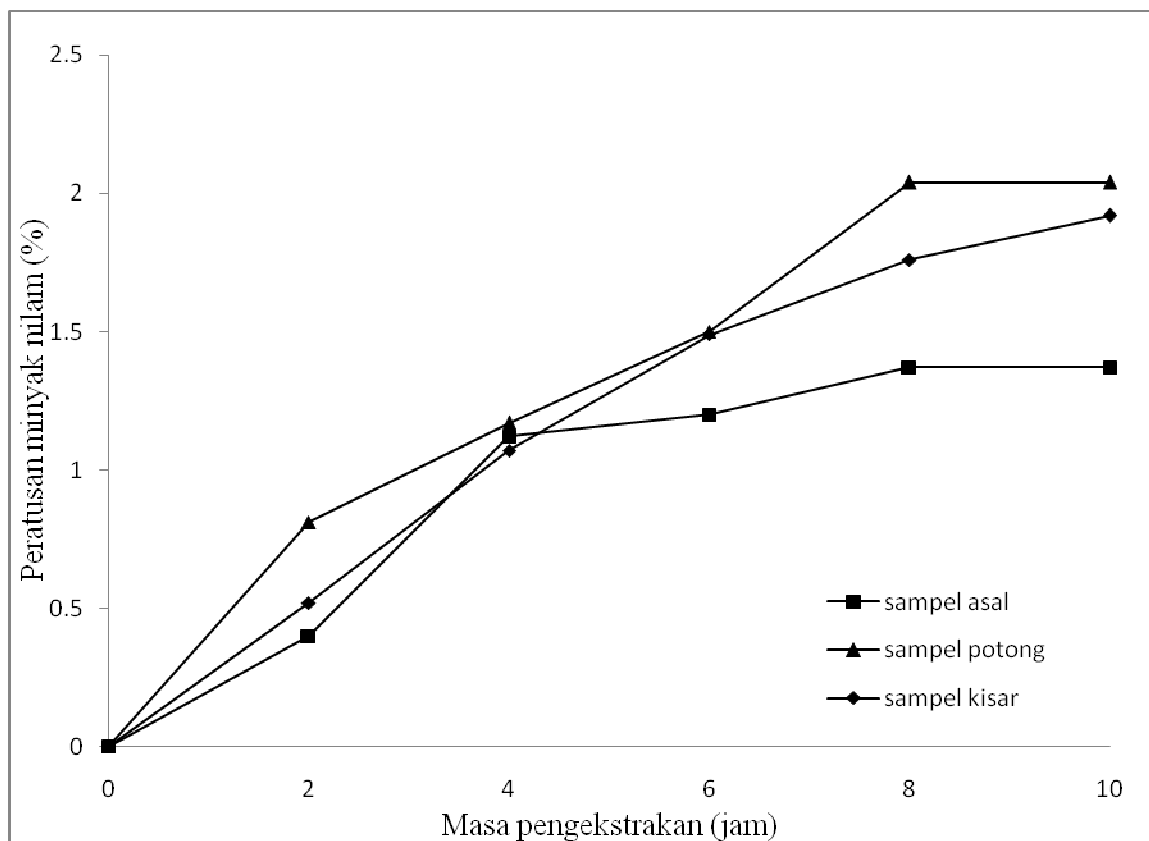
Fasa ketiga, antara jam ke 6 hingga jam ke 8, menunjukkan kadar pengekstrakan yang negatif bila mana peningkatan masa pengekstrakan menurunkan peratus hasil ekstrak yang diperolehi. Peratus minyak nilam yang terekstrak bagi ketiga-tiga sampel, secara amnya, menurun antara 6.9% hingga 12.1%. Fenomena ini berlaku disebabkan oleh aktiviti pelarutan komponen OH, di dalam minyak nilam, ke dalam fasa air. Hal ini

telah diketengahkan oleh Mauludi dan Asman (2005) bila mana mereka menyatakan bahawa pecahan minyak nilam yang terhasil mengandungi ikatan alkohol yang tinggi. Ikatan OH ini akan berpadu dengan air yang terpeluwap melalui kondenser dan menyebabkan kehilangan minyak nilam di dalam fasa air, terutama apabila proses pengekstrakan dilanjutkan. Dari keputusan yang dipaparkan di dalam Rajah 4.2, masa pengekstrakan melebihi 6 jam mencetuskan tindakbalas OH ini untuk berlaku.

Fasa keempat, melebihi 8 jam masa pengekstrakan, menunjukkan pencapaian tahap maksima di mana penambahan masa pengekstrakan tidak dapat meningkatkan lagi hasil ekstrak yang diperolehi. Rajah 4.2. juga menunjukkan bahawa pada fasa keempat ini keseimbangan tercapai di mana kadar pengekstrakan minyak nilam diseimbangi oleh kadar tindakbalas OH dengan air, sehingga mencapai tahap maksima pengeluaran minyak nilam.

4.2.3 Kombinasi Prarawatan Ultrasonik Serta Penyulingan Hidro

Rajah 4.3 menunjukkan keputusan yang diperolehi dari ujikaji pengekstrakan menggunakan kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro. Secara keseluruhan, prarawatan ultrasonik membantu meningkatkan hasil pengekstrakan minyak nilam. Ini dapat dilihat dari keputusan yang dipaparkan di dalam rajah 4.3. Sampel potong dan sampel kasar menunjukkan peningkatan hasil ekstrak, 1% dan 30%, masing-masing, berbanding hasil ekstrak yang diperolehi dari proses pengekstrakan menggunakan penyulingan hidro sahaja. Hasil tertinggi dicapai bagi sampel potong ialah 2.04% pada masa pengekstrakan selama 8 jam. Sementara itu, hasil tertinggi dicapai bagi sampel kasar ialah 1.92% pada masa pengekstrakan selama 10 jam. Sampel asal bagaimanapun menunjukkan penurunan sebanyak 30% berbanding hasil ekstrak yang diperolehi dari proses pengekstrakan menggunakan penyulingan hidro sahaja. Bagi sampel asal, hasil ekstrak tertinggi dicapai ialah 1.37% pada masa pengekstrakan selama 8 jam.



Rajah 4.3: Pengaruh masa pengekstrakan di dalam kombinasi prarawatan ultrasonik dan penyulingan hidro terhadap peratusan minyak nilam yang terhasil bagi pelbagai kaedah persediaan sampel

Pengamatan teliti terhadap rajah 4.3 mendapati lengkung sampel potong dan sampel asal, masing-masing menunjukkan terdapat 3 fasa, sementara lengkung bagi sampel kasar, menunjukkan terdapat 2 fasa. Bagi sampel potong, fasa pertama adalah dari masa pengekstrakan 0 hingga 2 jam, fasa kedua adalah dari masa pengekstrakan 2 hingga 8 jam, dan fasa ketiga adalah dari masa pengekstrakan 8 hingga 10 jam.

Sementara bagi sampel asal, fasa pertama adalah dari masa pengekstrakan 0 hingga 4 jam, fasa kedua adalah dari masa pengekstrakan 4 hingga 8 jam, dan fasa ketiga adalah dari masa pengekstrakan 8 hingga 10 jam. Bagi sampel kasar pula, fasa pertama adalah dari masa pengekstrakan 0 hingga 6 jam, dan fasa kedua adalah dari masa pengekstrakan 6 hingga 10 jam.

Proses prarawatan ultrasonik ini dijalankan selama setengah jam, di mana campuran sampel dan air, mengikut nisbah yang telah ditentukan, dimasukkan ke dalam takungan ultrasonik dan didedahkan kepada gelombang ultrasonik. Selepas proses prarawatan, campuran sampel dan air dimasukkan ke dalam sistem penyulingan hidro. Pendedahan gelombang ultrasonik terhadap campuran sampel adalah bertujuan membantu memecahkan dinding sel bagi melepaskan minyak nilam. Di samping itu, ia juga membantu proses pengekstrakan minyak dari dalam sel melepasi dinding membran disebabkan oleh kesan sedutan semasa implosi gelembung mikro berlaku terutama di permukaan dinding sel.

Kesan ultrasonik dapat dilihat dalam lengkung sampel potong dan sampel kisar di dalam rajah 4.3 yang menunjukkan peningkatan hasil ekstrak. Dalam fasa pertama bagi sampel potong (0 – 2 jam), peningkatan yang ketara dapat dilihat bagi kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro (0.76% hasil ekstrak) berbanding proses yang hanya melibatkan penyulingan hidro sahaja seperti yang ditunjukkan di dalam rajah 4.1 (0.40% hasil ekstrak). Secara fizikalnya, dapat dilihat perbezaan yang jelas bila mana dalam 2 jam yang pertama, dedahan ultrasonik mempercepatkan proses sampel potong terendam ke dalam air yang mana membantu mempercepatkan proses pengeluaran minyak nilam semasa penyulingan hidro. Di samping itu, gelombang ultrasonik juga membantu memecah dan mengekstrak minyak dari dalam sel.

Walaupun bagaimanapun, apabila memasuki fasa kedua, kadar pengekstrakan menunjukkan penurunan, tidak seperti keputusan yang diperolehi dari proses penyulingan hidro sahaja tanpa prarawatan ultrasonik, yang menunjukkan peningkatan kadar pengekstrakan disebabkan oleh ke semua sampel terendam selepas dua jam proses penyulingan hidro berjalan, seperti yang telah dibincangkan di seksyen 4.2.1 di atas.

Penurunan kadar pengekstrakan ini telah dijangka kerana ia berlaku disebabkan oleh pengurangan daya pacu pada antara-muka apabila jumlah minyak nilam berkurangan secara berterusan apabila diekstrak. Sama seperti di dalam rajah 4.1, fasa ketiga bagi lengkung sampel potong di dalam rajah 4.3 juga menunjukkan trend

mendatar, yang memberi implikasi bahawa proses ini telah mencapai keseimbangan. Oleh yang demikian, boleh disimpulkan bahawa bagi sampel potong, masa pengekstrakan selama 8 jam adalah mencukupi untuk mencapai tahap maksima pengekstrakan.

Sampel kasar menunjukkan peningkatan yang amat ketara apabila terdedah kepada gelombang ultrasonik bila mana hasil ekstrak tertinggi meningkat 30% berbanding hasil ekstrak tertinggi yang diperolehi dari penyulingan hidro sahaja. Di samping itu, rajah 4.3 juga menunjukkan bahawa masa pengekstrakan selama 10 jam tidak mencukupi untuk lengkung sampel kasar dari proses kombinasi ini mencapai maksima.

Di awal pengekstrakan (iaitu 2 jam pertama) bagi sampel kasar, hasil ekstrak yang diperolehi dari kombinasi proses prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro adalah lebih rendah (0.5%) berbanding hasil ekstrak yang diperolehi dari proses penyulingan hidro sahaja (0.76%). Hasil ekstrak yang lebih rendah dari proses kombinasi ini berpunca dari kehilangan sejumlah komponen minyak nilam, bertakat dididh rendah, yang signifikan semasa proses prarawatan ultrasonik dijalankan ke atas sampel kasar. Ini dapat dilihat dari perbandingan keputusan analisa GCMS yang ditunjukkan dalam Jadual 4.1 yang membandingkan beberapa komponen yang menunjukkan penurunan.

Jadual 4.1: Perbandingan terhadap sampel kisar selepas dua jam proses pengekstrakan

Bil	Komponen	No. CAS	Penyulingan Hidro (%)	Kombinasi Prarawatan Ultrasonik serta Penyulingan Hidro (%)
1	patchoulene	001405-16-9	0.74	0.63
2	α -aromadendrene	100159-39-4	0.6	0.27
3	β -chamigrene	018431-82-8	1.04	0.96
4	β -caryophyllene oxide	001139-30-6	4.1	3.94
5	patchouli alcohol	005986-55-0	55.28	53.51
6	spathulenol	006750-60-3	0.39	0.31
7	dihidrokaranone	019598-45-9	1.48	1.27

Walaubagaimanapun, fasa pertama bagi lengkung sampel kisar yang diproses melalui kaedah kombinasi prarawatan ultrasonik dan penyulingan hidro adalah lebih lama (6 jam) berbanding fasa pertama bagi lengkung kisar yang diproses melalui kaedah penyulingan hidro sahaja (2 jam) seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 4.1. Selepas 6 jam pengekstrakan, proses kombinasi memperolehi hasil ekstrak sebanyak 1.50% berbanding hasil yang diperolehi dari proses penyulingan sahaja, iaitu sebanyak 1.07%. Seperti yang telah dibincangkan dalam seksyen 4.2.1, lengkung sampel kisar bagi proses penyulingan hidro mencapai keseimbangan pada jam ke 8, berbanding lengkung sampel kisar dari proses kombinasi yang menunjukkan kenaikan hasil ekstrak berterusan walaupun setelah menjalani pengekstrakan selama 10 jam. Ini menunjukkan bahawa pendedahan kepada gelombang ultrasonik telah memecahkan sebahagian dinding sel yang menempatkan titisan-titisan minyak nilam.

Di samping itu, sebahagian lagi telah berlaku keretakan dan pengembangan yang memudahkan minyak nilam terekstrak dari sel-sel penyimpan minyak nilam. Kesan ultrasonik dapat dilihat bila mana partikel-partikel sampel kisar terendam sepenuhnya di dalam fasa air apabila terdedah kepada gelombang ultrasonik selama 30 minit di awal proses pengekstrakan. Sebagai perbandingan, partikel-partikel sampel kisar yang tidak melalui proses prarawatan ultrasonik akan terapung dipermukaan air di awal proses penyulingan hidro. Kombinasi kesemua kesan ultrasonik ini (pemecahan dinding sel,

peretakan dan pengembangan dinding sel, perendaman sepenuhnya di dalam air) telah secara langsung meningkatkan hasil ekstrak minyak nilam yang diperolehi.

Berdasarkan pengamatan teliti terhadap lengkung sampel kasar yang ditunjukkan di dalam Rajah 4.3, adalah dijangkakan bahawa pelanjutan masa pengekstrakan kepada 12 jam, secara ekstrapolasi, akan menunjukkan pencapaian hasil ekstrak melebihi 2.04% (tahap maksima hasil ekstrak dari sampel potong) dan lengkung akan mencapai tahap maksima dan keseimbangan. Ini adalah selari dengan kelebihan yang ada pada sampel kasar berbanding sampel potong, terutama dari segi jumlah keluasan permukaan yang bersentuhan dengan fasa air yang lebih besar.

Perbandingan antara perolehan hasil ekstrak bagi sampel asal dari proses kombinasi dan hasil dari proses penyulingan hidro sahaja menunjukkan prestasi lebih baik dicapai oleh proses penyulingan hidro sahaja iaitu mencapai 1.78%, sementara kombinasi proses prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro mencapai tahap maksima sebanyak 1.37%. Keputusan ini bercanggah dengan jangkaan awal sebelum menjalankan ujikaji di mana kombinasi proses prarawatan ultrasonik serta proses penyulingan hidro dijangka mengeluarkan hasil yang lebih tinggi disebabkan aktiviti peronggaan gelembung mikro yang berlaku apabila sampel terdedah kepada gelombang ultrasonik.

Analisa GCMS terhadap hasil ekstrak dari kedua-dua proses, menunjukkan penurunan komposisi beberapa komponen seperti yang dipaparkan dalam Jadual 4.2 di bawah.

Jadual 4.2: Perbandingan terhadap sampel asal selepas sepuluh jam proses pengekstrakan

Bil	Komponen	No. CAS.	Penyulingan Hidro (%)	Kombinasi Prarawatan Ultrasonik serta Penyulingan Hidro (%)
1	α -guaiene	003691-12-1	7.04	5.94
2	β -caryophyllene	000087-44-5	1.2	1.09
3	α -patchoulene	000560-32-7	5.36	0.61
4	patchoulene	001405-16-9	0.8	0.39
5	α -caryophyllene	006753-98-6	0.44	0.19
6	β -chamigrene	018431-82-8	1.58	1.48
7	α -bulnesene	003691-11-0	8.49	7.73
8	β -caryophyllene oxide	001139-30-6	2.66	2.2
9	spathulenol	006750-60-3	2.88	0.37

Semasa proses prarawatan ultrasonik dijalankan ke atas sampel asal, terdapat sebahagian sampel yang tidak terendam di dalam air (sekitar 30%). Oleh yang demikian, bahagian ini tidak terdedah kepada gelombang ultrasonik di dalam air dan tidak mendapat bantuan aktiviti peronggaan yang membolehkan dan memudahkan minyak nilam keluar dari dalam sel-sel penyimpan minyak nilam. Di samping itu, bahagian sampel yang terdedah kepada aktiviti peronggaan bertindakbalas dengan melepaskan titisan-titisan minyak nilam ini ke dalam fasa air. Disebabkan oleh peningkatan suhu air berlaku di dalam takung ultrasonik semasa proses prarawatan ultrasonik berjalan, sehingga mencapai 70°C, maka terjadilah sedikit pemeruapan komponen-komponen yang bertakat didih rendah. Kehilangan sebahagian kecil minyak nilam disebabkan oleh pemeruapan ini serta kekangan untuk merendam sepenuhnya sampel asal ke dalam air bagi mendapatkan kesan prarawatan ultrasonik yang maksima mengakibatkan kejatuhan peratus hasil ekstrak yang diperolehi dari kombinasi proses prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro berbanding hasil yang diperolehi dari proses penyulingan hidro sahaja, seperti yang ditunjukkan di dalam Jadual 4.2 di atas.

4.2.4 Kombinasi Prarawatan Ultrasonik Serta Penyulingan Stim

Kaedah kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan stim telah dijalankan ke atas ketiga-tiga sampel nilam; sampel asal, sampel potong dan sampel kisar. Walaubagaimanapun, keputusan dari ujikaji-ujikaji tersebut menunjukkan bahawa kaedah prarawatan ultrasonik tidak sesuai digunakan bagi penyulingan stim di mana daripada mempercepatkan proses pengekstrakan dan meningkatkan hasil ekstrak, kaedah prarawatan ultrasonik memperlambatkan proses pengeluaran hasil ekstrak. Ini adalah kerana kaedah penyulingan stim memerlukan sumber bahan mentah berada dalam keadaan kering. Konsep asas ultrasonik pula memerlukan sampel berada dalam satu medium berair yang kemudiannya getaran ultrasonik akan bertindakbalas terhadap sampel nilam kering melalui medium berair tersebut. Hal ini kerana ultrasonik akan memecahkan ikatan sedia ada yang terdapat pada struktur bahan sampel yang membenarkan minyak yang berada di dalam struktur tersebut keluar. Percubaan terhadap kaedah ini yang dilakukan mengambil masa yang panjang untuk mendapatkan hasil ekstrak. Untuk mendapatkan titisan minyak nilam yang pertama terhasil daripada penyulingan stim selepas prarawatan ultrasonik memerlukan masa pengekstrakan lebih daripada enam jam. Hal ini adalah kerana haba stim yang dikeluarkan menerusi kaedah penyulingan stim ini akan mengeringkan sampel daun kering selepas prarawatan ultrasonik. Oleh yang demikian, dapatlah disimpulkan bahawa kaedah prarawatan ultrasonik tidak sesuai digunakan bagi penyulingan stim untuk mengekstrak minyak pati nilam.

4.3 ANALISIS MINYAK NILAM MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI GAS - SPEKTROMETER JISIM (GCMS)

GCMS digunakan untuk menganalisis kandungan bahan kimia atau komponen dalam minyak pati nilam. Tujuan utama analisis ini dijalankan adalah untuk mengkaji kualiti minyak yang diperolehi dari kesemua jenis sampel serta kaedah pengekstrakan yang dijalankan dalam kajian ini, samada kualiti minyak yang diperolehi setanding dengan kualiti minyak pati nilam yang berada di pasaran. Di samping itu, kajian ini juga

bertujuan untuk melihat samada jenis sampel serta kaedah pengekstrakan mempengaruhi kualiti minyak nilam yang diperolehi. Komponen-komponen di dalam sampel minyak nilam dikenalpasti berdasarkan pepadanan data yang diperolehi dari Kromatografi Gas dengan maklumat yang tersimpan di dalam bank data Spektrometer Jisim.

Dari kajian literatur Tsai,(2006) dan Kuntal,(2011) dapat dirumuskan bahawa kualiti minyak pati nilam yang dipasarkan perlu mengandungi komponen-komponen seperti yang tersenarai di dalam jadual 4.3 berikut:

Jadual 4.3: Komponen terpenting dalam menentukan minyak pati nilam

Nama Komponen	Cas No
<i>β-patchoulene</i>	00514-51- 2
<i>α-guaiene</i>	003691-12-1
<i>α-patchoulene</i>	000560-32-7
<i>Patchouli alkohol</i>	005986-55-0
<i>α-bulnesene</i>	003691-11-0

Sumber : Tsai,(2006) dan Kuntal,(2011)

Kesemua 5 komponen di dalam minyak pati nilam membentuk ciri-ciri bau dan sifat minyak pati nilam. Rajah 4.4 menunjukkan puncak-puncak yang terbit dari analisis GCMS mewakili setiap komponen yang dikesan, sementara Jadual 4.4 menyenaraikan komponen-komponen bagi sampel minyak nilam dari proses penyulingan stim selama 2 jam bagi sampel asal. Terdapat 37 komponen yang dikesan oleh GCMS terkandung di dalam minyak patchouli yang diperolehi dari kajian ini, dari kumpulan terpena, alkohol, aldehid dan ester.

Jadual 4.4 : Analisis keseluruhan pati minyak nilam dengan menggunakan GCMS

Rentasi Masa (Minit)	Cas No	Nama Komponen	Kualiti (%)
8.000	00514-51-2	<i>β-patchoulene</i>	98
9.568	15714-10-0	<i>2-(4-Methyl-1-cyclohexenyl)-1-propanol</i>	47
10.110	003691-12-1	<i>α-guaiene</i>	99
10.227	000087-44-5	<i>β-Caryophyllene</i>	99
11.095	000560-32-7	<i>α-patchoulene</i>	91
11.195	056633-28-4	<i>α-Panasinsen</i>	38
11.457	001405-16-9	<i>Patchoulene</i>	99
11.649	006753-98-6	<i>α-caryophyllene</i>	86
11.783	1000159-39-4	<i>α-aromadendrene</i>	91
12.331	018431-82-8	<i>β-chamigrene</i>	95
12.687	003691-11-0	<i>α-bulnesene</i>	99
13.532	025246-27-9	<i>Alloaromadendrene</i>	70
13.882	002870-04-4	<i>2-ethyl-1,3-dimethylbenzene</i>	30
15.170	339154-91-5	<i>γ-elemene</i>	42
16.120	042123-66-0	<i>2,5,6-Trimethyl-1,3,6-heptatriene</i>	51
17.000	000620-17-7	<i>3-ethyl phenol</i>	25
17.530	1000150-14-4	<i>Trans-tricyclo hexane,3,3,6,6,tetraethyl</i>	60
17.769	001139-30-6	<i>β-caryophyllene oxide</i>	93
17.962	001139-30-6	<i>β-caryophyllene oxide</i>	94
18.265	1000161-99-5	<i>4-ethenyl-4,8,8-trimethyl-2-methylene-Bicyclo[5.2.0]nonane,</i>	30
19.017	006975-94-6	<i>3,5-dimethylcyclohex-1-ene-4-carboxaldehyde</i>	64
19.681	104900-59-6	<i>2,3,3-Trimethyl-2-[(E)-3-methyl-1,3-butadien-1-yl]cyclohexanone</i>	49
20.415	001139-30-6	<i>β-caryophyllene oxide</i>	43
20.771	077171-55-2	<i>(-)-Spathulenol</i>	38
21.208	003691-11-0	<i>α-bulnesene</i>	62
21.435	067999-56-8	<i>Isolongifolene epoxide</i>	70
21.803	005986-55-0	<i>Patchouli alcohol</i>	95
22.187	000475-20-7	<i>Longifolene</i>	70
22.759	000128-37-0	<i>Butylated hydroxytoluene</i>	46
22.974	006750-60-3	<i>Spathulenol</i>	90
23.219	019598-45-9	<i>Dihydrokaranone</i>	86
23.534	1000151-48-9	<i>Longifolenaldehyde</i>	38
23.726	018319-28-3	<i>Thyroxine</i>	52
23.860	025246-27-9	<i>β-caryophyllene</i>	64
24.892	000877-53-2	<i>(2,4-dimethylphenyl) acetate</i>	50

25.049	242794-76-9	<i>4-ethenyl-4,8,8-trimethyl-2-methylene-Bicyclo[5.2.0]nonane,</i>	70
25.387	000489-83-8	<i>3,9-diene guaia</i>	80
25.521	000763-93-9	<i>3-Hexen-2-one</i>	43
25.918	000122-03-2	<i>Cuminaldehyde</i>	95
26.658	013362-83-9	<i>7-methyl-Thieno[3,2-b]pyridine,</i>	43
27.398	1000159-38-2	<i>4 methylene-2,8,8 trimethyl-2-vinyl-bicyclo</i>	43

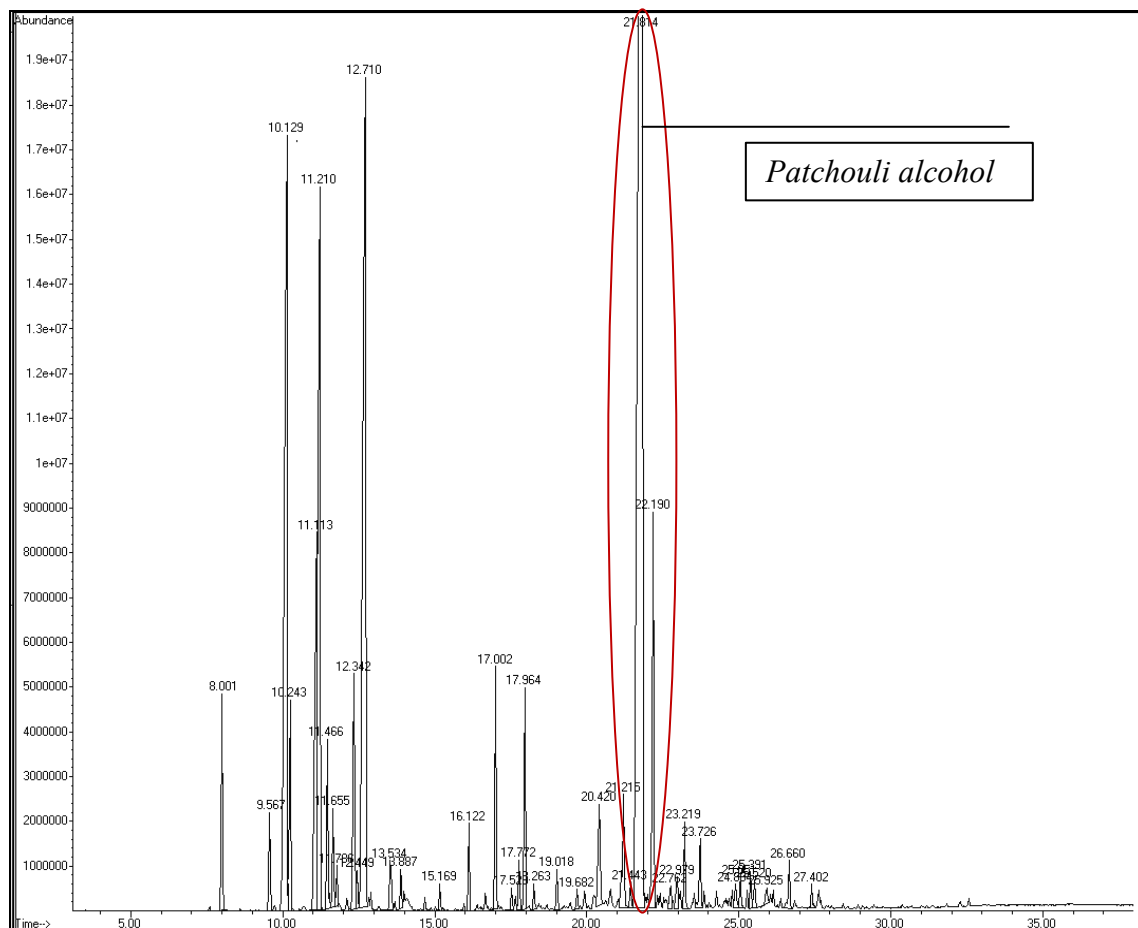
Antara sejumlah besar komponen-komponen tersebut, hanya 15 komponen dipilih yang merupakan komponen dengan kualiti tertinggi dan menepati maklumat yang terdapat di dalam bank data GCMS bagi pati minyak nilam yang terekstrak (seperti yang dijelaskan di dalam jadual 4.5). Komponen ini dipilih berdasarkan kepada kualiti yang mana melebihi 80% ketepatan data yang terkandung di dalam bank data. Trend keputusan yang sama diperolehi bagi kesemua sampel minyak nilam yang dikaji dalam penyelidikan ini, berbeza hanya dari segi kepekatan komponen-komponen di dalamnya. Untuk setiap minyak nilam yang diperolehi, analisis dengan menggunakan GC-MS diulang sebanyak tiga kali bagi setiap satu sampel. Hal ini adalah untuk memastikan bahawa analisis yang dijalankan itu tepat dan berkeupayaan untuk diulang semula.

Jadual 4.5 : Kualiti tertinggi dalam pati minyak nilam

Bil	Cas No	Komponen	Kualiti
1	00514-51-2	<i>β-patchoulene</i>	98
2	003691-12-1	<i>α-guaiene</i>	99
3	000087-44-5	<i>β-caryophyllene</i>	99
4	000560-32-7	<i>α-patchoulene</i>	91
5	001405-16-9	<i>Patchoulene</i>	99
6	006753-98-6	<i>α-caryophyllene</i>	86
7	100159-39-4	<i>α-aromadendrene</i>	91
8	018431-82-8	<i>β-chamigrene</i>	95
9	003691-11-0	<i>α-bulnesene</i>	99
10	001139-30-6	<i>β-caryophyllene oxide</i>	93
11	005986-55-0	<i>patchouli alcohol</i>	95
12	006750-60-3	<i>Spathulenol</i>	90
13	019598-45-9	<i>Dihidrokaranone</i>	86
14	000489-83-8	<i>3,9-diene guaia</i>	80
15	000122-03-2	<i>Cuminaldehyde</i>	95

Dari keputusan GCMS tersebut dapat disimpulkan bahawa kualiti minyak pati nilam yang terekstrak dari kesemua sampel menyamai kualiti minyak pati nilam yang berada di pasaran. Malahan, kualiti minyak tersebut jauh lebih baik dari produk yang berada di pasaran, jika perbandingan dibuat berdasarkan kuantiti patchouli alkohol yang terkandung di dalam minyak-minyak yang terekstrak (seperti yang ditunjukkan di dalam keputusan analisis GCMS bagi kesemua hasil ekstrak pati nilam yang dikaji di dalam penyelidikan ini). Patchouli alkohol merupakan komponen utama yang menjadi kayu pengukur yang mana menentukan kualiti minyak pati nilam. Untuk kegunaan industri minyak wangi, kandungan patchouli alkohol di dalam pati nilam perlu sekurang-kurangnya 30%. Kuantiti patchouli alkohol melebihi 30% bagi suatu ekstrak minyak patchouli, memberi implikasi bahawa minyak tersebut adalah dari kualiti yang amat baik dan boleh menjanjikan pulangan harga jualan yang lebih tinggi.

Minyak nilam terdiri dari gabungan terpen dengan alkohol-alkohol, aldehid dan ester-ester, yang berinteraksi antara satu sama lain dan memberikan bau yang unik bagi minyak patchouli. Patchouli alkohol merupakan komponen asas dan yang utama bagi pati minyak nilam yang menentukan bau minyak nilam. Selain itu, komponen-komponen seperti β -patchoulen, α -guaiene dan α -patchoulen juga merupakan komponen-komponen yang memberikan ciri-ciri serta sifat fizikal minyak nilam (Ketaren,1985). Seperti yang dijangkakan, terdapat perbezaan kecil bagi kepekatan komponen-komponen di dalam sampel minyak nilam dari setiap set yang diperolehi. Perkara ini akan dibincangkan dengan lebih lanjut dalam seksyen seterusnya.

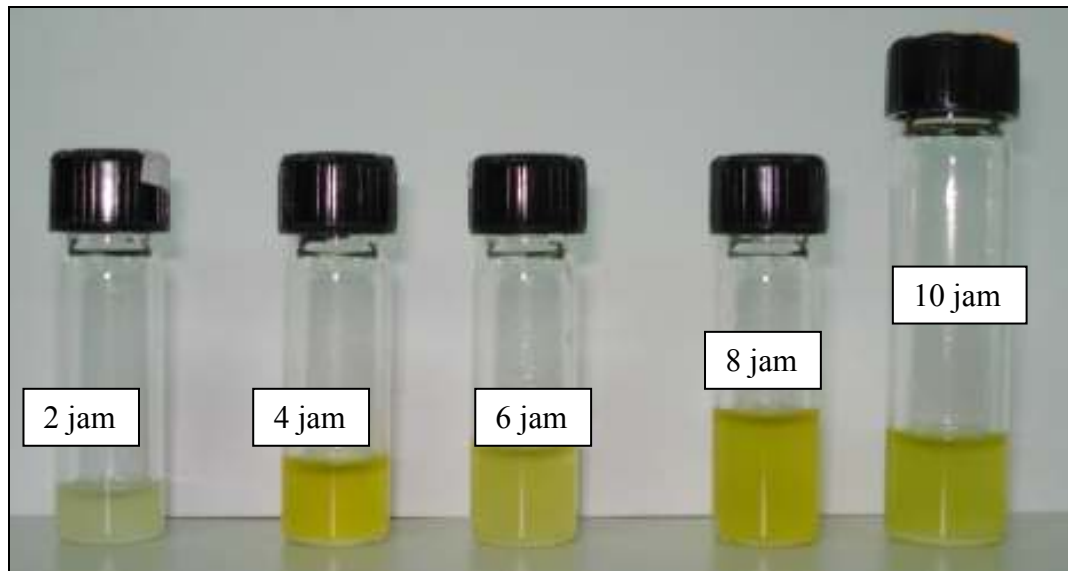


Rajah 4.4 : Analisis minyak nilam menggunakan GC-MS

4.3.1 Penyulingan Stim

Gambar 4.1 hingga 4.3 menunjukkan gambar hasil ekstrak yang diperolehi dalam sela masa pengekstrakan berbeza-beza bagi 3 jenis sampel; sampel asal, sampel potong dan sampel kisar, masing-masing. Secara keseluruhan, dapatlah disimpulkan bahawa perbezaan warna yang kelihatan antara sampel-sampel produk tersebut adalah berpunca dari perbezaan komposisi komponen-komponen di dalamnya. Sebagai contoh, peningkatan kandungan patchouli alkohol, pada kebiasaannya, akan memberikan warna produk yang lebih gelap.

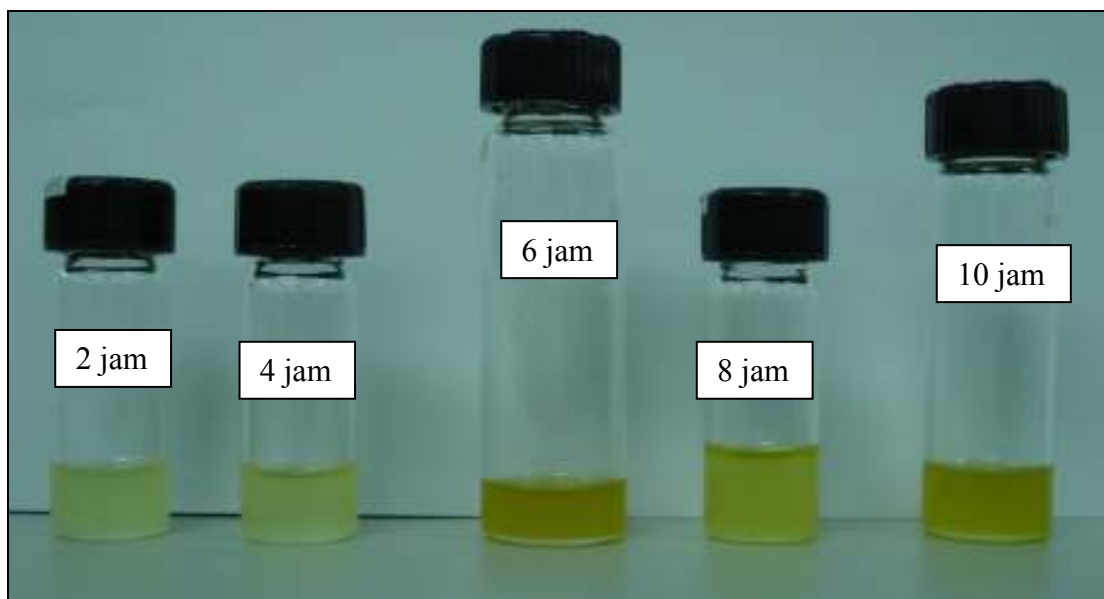
Jadual 4.6 hingga 4.8 menunjukkan taburan komposisi hasil ekstrak minyak nilam dari sampel asal, sampel potong dan sampel kisar masing-masing dari proses penyulingan stim, yang diperolehi dari analisis GCMS.



Gambar 4.1: Minyak nilam yang terhasil daripada sampel asal



Gambar 4.2 : Minyak nilam yang terhasil daripada sampel nilam potong



Gambar 4.3 : Minyak nilam yang terhasil daripada sampel nilam kisar

Jadual 4.6 : Analisis minyak nilam daripada sampel asal

Bil	Komponen	No. CAS.	2 jam (%)	4 jam (%)	6 jam (%)	8 jam (%)	10 jam (%)
1	<i>β</i> -patchoulene	000514-51-2	1.42	1.13	1.38	1.30	1.47
2	<i>α</i> -guaiene	003691-12-1	10.97	8.77	10.13	9.51	10.61
3	<i>β</i> -caryophyllene	000087-44-5	1.50	1.21	1.44	1.38	1.47
4	<i>α</i> -patchoulene	000560-32-7	4.49	4.54	3.96	4.16	4.66
5	patchoulene	001405-16-9	1.20	1.17	0.99	1.08	1.13
6	<i>α</i> -caryophyllene	006753-98-6	0.70	0.55	0.74	0.61	0.70
7	<i>α</i> -aromadendrene	100159-39-4	0.29	0.22	0.43	0.25	0.31
8	<i>β</i> -chamigrene	018431-82-8	0.28	0.22	0.27	0.23	0.29
9	<i>α</i> -bulnesene	003691-11-0	12.34	9.89	11.80	10.97	12.22
10	<i>β</i> -caryophyllene oxide	001139-30-6	2.37	2.56	2.03	2.16	2.10
11	patchouli alcohol	005986-55-0	35.73	38.85	38.37	37.28	34.58
12	spathulenol	006750-60-3	0.41	0.45	0.51	0.45	0.44
13	dihidrokaranone	019598-45-9	0.70	1.05	0.89	1.00	0.94
14	3,9-diene guaia	000489-83-8	0.27	0.40	0.43	0.48	0.43
15	cuminaldehyde	000122-03-2	0.19	0.19	0.46	0.30	0.24
16	Komponen lain		27.15	28.80	26.17	28.84	28.41

Jadual 4.7 : Analisis minyak nilam daripada sampel potong

Bil	Komponen	No. CAS.	2 jam (%)	4 jam (%)	6 jam (%)	8 jam (%)	10 jam (%)
1	<i>β</i> -patchoulene	000514-51-2	1.42	1.52	1.50	1.37	1.43
2	<i>α</i> -guaiene	003691-12-1	10.97	10.70	10.71	9.39	10.19
3	<i>β</i> -caryophyllene	000087-44-5	1.50	1.49	1.51	1.37	1.46
4	<i>α</i> -patchoulene	000560-32-7	4.85	4.46	4.73	3.91	4.14
5	patchoulene	001405-16-9	1.20	1.12	1.20	1.01	1.14
6	<i>α</i> -caryophyllene	006753-98-6	0.70	0.70	0.79	0.61	0.74
7	<i>α</i> -aromadendrene	100159-39-4	0.29	0.30	0.47	0.27	0.44
8	<i>β</i> -chamigrene	018431-82-8	0.28	0.28	0.30	0.24	0.26
9	<i>α</i> -bulnesene	003691-11-0	12.34	11.90	11.93	10.94	11.37
10	<i>β</i> -caryophyllene oxide	001139-30-6	2.37	2.11	2.07	1.92	2.00
11	patchouli alcohol	005986-55-0	35.73	35.86	34.18	37.29	35.83
12	spathulenol	006750-60-3	0.41	0.47	0.46	0.53	0.51
13	dihidrokaranone	019598-45-9	0.70	0.83	0.82	1.00	0.90
14	3,9-diene guaia	000489-83-8	0.27	0.36	0.41	0.54	0.46
15	cuminaldehyde	000122-03-2	0.19	0.40	0.50	0.61	0.56
16	Komponen lain		26.78	27.50	28.42	29.00	28.57

Jadual 4.8 : Analisis minyak nilam daripada sampel kisar

Bil	Komponen	No. CAS.	2 jam (%)	4 jam (%)	6 jam (%)	8 jam (%)	10 jam (%)
1	<i>β</i> -patchoulene	000514-51-2	1.22	0.78	0.83	0.91	0.83
2	<i>α</i> -guaiene	003691-12-1	10.60	6.43	6.74	6.93	6.43
3	<i>β</i> -caryophyllene	000087-44-5	1.71	0.97	0.99	1.03	0.94
4	<i>α</i> -patchoulene	000560-32-7	4.68	3.16	3.16	3.25	2.73
5	patchoulene	001405-16-9	1.15	0.96	0.91	1.01	0.78
6	<i>α</i> -caryophyllene	006753-98-6	0.75	0.43	0.45	0.47	0.47
7	<i>α</i> -aromadendrene	100159-39-4	0.34	0.18	0.21	0.22	0.33
8	<i>β</i> -chamigrene	018431-82-8	0.28	0.17	0.19	0.20	0.19
9	<i>α</i> -bulnesene	003691-11-0	13.44	8.44	8.74	8.88	8.18
10	<i>β</i> -caryophyllene oxide	001139-30-6	2.46	2.93	2.85	2.81	2.70
11	patchouli alcohol	005986-55-0	34.61	43.23	44.08	43.16	46.55
12	spathulenol	006750-60-3	0.27	0.37	0.39	0.33	0.28
13	dihidrokaranone	019598-45-9	0.78	1.45	1.53	1.50	1.59
14	3,9-diene guaia	000489-83-8	0.26	0.34	0.37	0.39	0.38
15	cuminaldehyde	000122-03-2	0.20	0.38	0.35	0.39	0.40
16	Komponen lain		27.25	29.78	28.21	28.52	27.22

Jadual 4.6 hingga 4.8 di atas menunjukkan bahawa kandungan patchouli alkohol di dalam hasil ekstrak penyulingan stim dari ketiga-tiga jenis sampel berada pada tahap antara 35% hingga 47%. Secara keseluruhan, hasil ekstrak dari sampel kasar mempunyai kepekatan patchouli alkohol tertinggi, sementara hasil ekstrak dari sampel potong mempunyai kepekatan patchouli alkohol yang terendah antara ketiga-tiga sampel. Peratusan patchouli alkohol ini melebihi dari keperluan pasaran, iaitu sekurang-kurangnya 30%. Jadual-jadual di atas juga menunjukkan bahawa komposisi kebanyakan komponen sedikit menurun apabila masa pengekstrakan meningkat. Komposisi komponen yang menurun termasuklah α -Patchoulene, Patchoulene, α -Guaiene dan α -Bulnesene. Terdapat juga komposisi komponen yang tidak berubah seperti β -Caryophyllene oxide, α -Caryophyllene, α -Chamigrene dan α -Caryophyllene, malah ada juga yang terus meningkat apabila masa pengekstrakan meningkat seperti Patchouli alkohol, Spathulenol, Dihidrokaranone, 3,9-diene guaine, cuminaldehyde, β -Patchoulene dan α -aromadendrene.

Daripada pemerhatian, dapatlah disimpulkan bahawa kebanyakan komponen yang mengalami penurunan apabila masa pengekstrakan dipanjangkan berpunca dari berlakunya sedikit tindakbalas sampingan antara ikatan dubel rantai panjang karbon dengan molekul oksigen ataupun ion OH dan menukar komponen-komponen tersebut menjadi komponen lain yang mempunyai bilangan rantai karbon yang sama. Atas alasan yang sama, peningkatan komposisi beberapa komponen berlaku disebabkan oleh tindakbalas sampingan yang telah diutarakan di atas. Antara contoh yang dapat dilihat adalah penurunan komposisi komponen α -Guaiene ($C_{15}H_{24}$) dan peningkatan komposisi komponen Spathulenol ($C_{15}H_{24}O$).

4.3.2 Penyulingan Hidro

Minyak pati nilam yang terhasil menerusi kaedah penyulingan hidro juga dianalisis bagi menentukan kualiti dan kuantiti komponen yang terdapat didalamnya dengan menggunakan GC-MS. Keputusan analisis telah diringkaskan dalam jadual 4.9, hingga 4.11 di bawah bagi sampel asal, sampel potong dan sampel kasar.

Jadual 4.9 : Analisis minyak nilam daripada sampel asal

Bil	Komponen	No. CAS.	2 jam	4 jam	6 jam	8 jam	10 jam
			(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
1	<i>β</i> -patchoulene	000514-51-2	0.69	1.62	1.54	1.97	2.24
2	<i>α</i> -guaiene	003691-12-1	3.11	6.39	6.11	6.45	7.04
3	<i>β</i> -caryophyllene	000087-44-5	0.48	1.15	1.18	1.12	1.20
4	<i>α</i> -patchoulene	000560-32-7	0.43	0.8	1.01	1.03	5.36
5	patchoulene	001405-16-9	0.84	0.74	0.67	0.71	0.80
6	<i>α</i> -caryophyllene	006753-98-6	0.16	0.42	0.42	0.41	0.44
7	<i>α</i> -aromadendrene	100159-39-4	0.14	0.22	0.18	0.18	0.19
8	<i>β</i> -chamigrene	018431-82-8	0.25	1.54	0.18	1.50	1.58
9	<i>α</i> -bulnesene	003691-11-0	3.85	7.66	7.48	7.72	8.49
10	<i>β</i> -caryophyllene oxide	001139-30-6	5.08	3.45	2.35	2.31	2.66
11	patchouli alcohol	005986-55-0	51.74	47.56	48.02	47.08	46.18
12	spathulenol	006750-60-3	0.30	3.02	2.73	2.80	2.88
13	dihydrokaranone	019598-45-9	1.30	0.89	1.16	1.18	0.56
14	3,9-diene guaia	000489-83-8	0.29	0.35	0.66	0.52	0.46
15	cuminaldehyde	000122-03-2	0.22	0.22	0.41	0.32	0.31
16	Komponen lain		31.12	25.90	24.70	24.70	19.61

Jadual 4.10 : Analisis minyak nilam daripada sampel potong

Bil	Komponen	No. CAS.	2 jam	4 jam	6 jam	8 jam	10 jam
			(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
1	<i>β</i> -patchoulene	000514-51-2	1.52	1.56	1.37	2.28	2.52
2	<i>α</i> -guaiene	003691-12-1	5.58	5.82	7.05	7.66	7.57
3	<i>β</i> -caryophyllene	000087-44-5	0.89	1.05	1.23	1.45	1.35
4	<i>α</i> -patchoulene	000560-32-7	0.90	0.91	1.24	1.07	1.05
5	patchoulene	001405-16-9	0.77	0.70	0.75	0.75	0.82
6	<i>α</i> -caryophyllene	006753-98-6	0.34	0.39	0.44	0.50	0.47
7	<i>α</i> -aromadendrene	100159-39-4	0.29	0.26	0.23	0.25	0.21
8	<i>β</i> -chamigrene	018431-82-8	1.20	1.42	1.59	1.79	1.70
9	<i>α</i> -bulnesene	003691-11-0	5.52	6.68	8.27	9.43	9.11
10	<i>β</i> -caryophyllene oxide	001139-30-6	4.17	3.62	2.41	2.34	2.16
11	patchouli alcohol	005986-55-0	49.94	49.14	47.05	45.53	45.86
12	spathulenol	006750-60-3	3.06	0.29	0.38	2.61	2.42
13	dihydrokaranone	019598-45-9	0.93	0.37	1.15	0.99	1.02
14	3,9-diene guaia	000489-83-8	0.30	0.34	0.53	0.51	0.47
15	cuminaldehyde	000122-03-2	0.35	0.24	0.28	0.32	0.32
16	Komponen lain		24.24	27.21	26.03	22.52	22.95

Jadual 4.11 : Analisis minyak nilam daripada sampel kisar

Bil	Komponen	No. CAS.	2 jam (%)	4 jam (%)	6 jam (%)	8 jam (%)	10 jam (%)
1	<i>β</i> -patchoulene	00514-51-2	0.84	1.75	1.90	1.97	2.76
2	<i>α</i> -guaiene	003691-12-1	3.15	5.67	6.16	5.02	5.52
3	<i>β</i> -caryophyllene	000087-44-5	0.48	0.95	1.04	0.82	0.91
4	<i>α</i> -patchoulene	000560-32-7	1.04	1.13	1.04	1.20	0.68
5	patchoulene	001405-16-9	0.74	0.83	0.83	0.70	0.70
6	<i>α</i> -caryophyllene	006753-98-6	0.19	0.32	0.35	0.27	0.30
7	<i>α</i> -aromadendrene	100159-39-4	0.60	0.52	0.27	0.25	0.23
8	<i>β</i> -chamigrene	018431-82-8	1.04	1.23	1.34	1.07	1.00
9	<i>α</i> -bulnesene	003691-11-0	4.10	7.12	8.08	6.59	7.23
10	<i>β</i> -caryophyllene oxide	001139-30-6	4.10	3.23	2.30	2.58	2.46
11	patchouli alcohol	005986-55-0	55.28	49.24	47.67	50.57	48.71
12	spathulenol	006750-60-3	0.39	0.31	0.31	0.36	0.32
13	dihydrokaranone	019598-45-9	1.48	1.37	1.74	1.73	2.30
14	3,9-diene guaia	000489-83-8	0.32	0.30	0.45	0.41	0.49
15	cuminaldehyde	000122-03-2	0.28	0.26	0.30	0.32	0.49
16	Komponen lain		25.97	25.77	26.22	26.14	25.90

Kandungan pathouli alkohol dari sampel-sampel di atas, yang diekstrak melalui penyulingan hidro, berbeza-beza antara satu sama lain, dalam julat antara 45.86% hingga 55.28%. Kandungan ini adalah jauh lebih tinggi dari kandungan patchouli alkohol di dalam hasil ekstrak penyulingan stim. Walaubagaimanapun, dari sudut pengeluaran hasil ekstrak, penyulingan stim memberikan peratusan hasil yang lebih tinggi dari penyulingan hidro, seperti yang telah dibincangkan dalam seksyen 4.2 di atas. Kandungan alkohol nilam sememangnya memainkan faktor penting dalam penentuan harga minyak nilam. Semakin tinggi peratusan alkohol nilam semakin tinggi harga minyak nilam. Ini adalah kerana terdapat kesukaran dalam memperolehi kualiti minyak nilam yang terbaik di pasaran.

Sama seperti pemerhatian di dalam penyulingan stim, kandungan tertinggi pathouli alkohol terdapat di dalam hasil ekstrak yang diperolehi dari sampel kisar, manakala sampel potong memberikan hasil ekstrak yang terendah kandungan patchouli alkoholnya.

Jadual 4.9 hingga 4.11 di atas juga menunjukkan bahawa komposisi kebanyakan komponen sedikit menurun apabila masa pengekstrakan meningkat. Komposisi komponen yang menurun termasuklah β -Caryophyllene oxide, Dihidrokaranone, dan Patchouli alkohol. Terdapat juga komposisi komponen yang tidak berubah seperti β -Caryophyllene dan Patchoulene, malah ada juga yang terus meningkat apabila masa pengekstrakan meningkat seperti Spathulenol, 3,9-diene guaine, α -Caryophyllene, α -Guaiene, α -Bulnesene, cuminaldehyde, β -Patchoulene, α -Patchoulene, β -chamigrene dan α -Aromadendrene.

Daripada pemerhatian, dapatlah disimpulkan bahawa kebanyakan komponen yang mengalami kenaikan apabila masa pengekstrakan dipanjangkan berpunca dari berlakunya sedikit tindakbalas sampingan antara ikatan dubel rantai panjang karbon dengan molekul oksigen ataupun ion -OH yang terdapat di dalam struktur molekul air dan menukar komponen-komponen tersebut menjadi komponen lain yang mempunyai bilangan rantai karbon yang sama. Atas alasan yang sama inilah, penurunan komposisi beberapa komponen berlaku juga disebabkan oleh tindakbalas sampingan yang telah diutarakan di atas. Antara contoh yang dapat dilihat adalah penurunan komposisi komponen β -Caryophyllene oxide ($C_{15}H_{24}$) dan peningkatan komposisi komponen β -Patchoulene dan α -guaiene ($C_{15}H_{24}$).

4.3.3 Kombinasi Prarawatan Ultrasonik Serta Penyulingan Hidro

Jadual-jadual 4.12 hingga 4.14 di bawah menunjukkan taburan komposisi komponen-komponen di dalam hasil ekstrak minyak pati nilam, yang dianalisis menggunakan GC-MS, dari kombinasi proses prarawatan ultrasonik dan penyulingan hidro, bagi sampel asal, sampel potong dan sampel kisar, masing-masing.

Jadual 4.12 : Analisis minyak nilam daripada sampel asal

Bil	Komponen	No. CAS.	2 jam (%)	4 jam (%)	6 jam (%)	8 jam (%)	10 jam (%)
1	<i>β</i> -patchoulene	000514-51-2	1.46	1.63	1.53	1.53	2.73
2	<i>α</i> -guaiene	003691-12-1	4.18	4.73	5.96	5.44	5.94
3	<i>β</i> -caryophyllene	000087-44-5	0.74	0.88	1.11	0.94	1.09
4	<i>α</i> -patchoulene	000560-32-7	1.07	1.19	0.83	1.05	0.61
5	Patchoulene	001405-16-9	0.45	0.52	0.66	0.62	0.39
6	<i>α</i> -caryophyllene	006753-98-6	0.28	0.37	0.40	0.36	0.19
7	<i>α</i> -aromadendrene	100159-39-4	0.27	0.37	0.18	0.47	0.63
8	<i>β</i> -chamigrene	018431-82-8	0.43	0.49	1.39	1.26	1.48
9	<i>α</i> -bulnesene	003691-11-0	5.41	6.23	7.42	7.03	7.73
10	<i>β</i> -caryophyllene oxide	001139-30-6	3.54	2.68	2.58	2.65	2.20
11	patchouli alcohol	005986-55-0	52.99	51.94	46.65	48.50	47.45
12	Spathulenol	006750-60-3	0.38	0.39	0.39	0.41	0.37
13	Dihidrokaranone	019598-45-9	0.93	1.03	1.43	1.50	1.17
14	3,9-diene guaia	000489-83-8	0.49	0.57	0.61	0.56	0.57
15	Cuminaldehyde	000122-03-2	0.27	0.29	0.34	0.33	0.35
16	Komponen lain		27.11	26.69	28.52	27.35	27.1

Jadual 4.13 : Analisis minyak nilam daripada sampel potong

Bil	Komponen	No. CAS.	2 jam (%)	4 jam (%)	6 jam (%)	8 jam (%)	10 jam (%)
1	<i>β</i> -patchoulene	000514-51-2	1.07	1.70	1.96	2.01	3.31
2	<i>α</i> -guaiene	003691-12-1	3.92	4.96	4.55	6.50	6.25
3	<i>β</i> -caryophyllene	000087-44-5	0.67	0.89	0.72	1.14	1.00
4	<i>α</i> -patchoulene	000560-32-7	1.16	1.12	1.11	1.39	1.42
5	Patchoulene	001405-16-9	0.62	0.64	0.58	0.71	0.69
6	<i>α</i> -caryophyllene	006753-98-6	0.25	0.33	0.29	0.42	0.37
7	<i>α</i> -aromadendrene	100159-39-4	0.35	0.36	0.36	0.52	0.53
8	<i>β</i> -chamigrene	018431-82-8	1.05	1.20	1.04	1.47	1.43
9	<i>α</i> -bulnesene	003691-11-0	4.56	6.20	5.69	7.99	7.38
10	<i>β</i> -caryophyllene oxide	001139-30-6	3.82	3.21	2.88	2.33	2.62
11	patchouli alcohol	005986-55-0	55.30	51.36	50.22	48.26	46.34
12	Spathulenol	006750-60-3	0.38	0.37	0.39	0.33	0.42
13	Dihidrokaranone	019598-45-9	1.01	1.00	1.17	1.10	1.16
14	3,9-diene guaia	000489-83-8	0.37	0.42	0.46	0.47	0.47
15	Cuminaldehyde	000122-03-2	0.41	0.49	0.28	0.33	0.29
16	Komponen lain		25.06	25.75	28.3	25.03	26.32

Jadual 4.14 : Analisis minyak nilam daripada sampel kisar

Bil	Komponen	No. CAS.	2 jam (%)	4 jam (%)	6 jam (%)	8 jam (%)	10 jam (%)
1	<i>β</i> -patchoulene	000514-51-2	1.41	2.02	1.71	2.27	1.99
2	<i>α</i> -guaiene	003691-12-1	3.90	4.15	5.35	5.56	5.26
3	<i>β</i> -caryophyllene	000087-44-5	0.65	0.70	0.81	0.86	0.84
4	<i>α</i> -patchoulene	000560-32-7	1.04	0.04	1.07	0.18	1.07
5	Patchoulene	001405-16-9	0.63	0.67	0.87	0.67	0.76
6	<i>α</i> -caryophyllene	006753-98-6	0.23	0.25	0.26	0.29	0.28
7	<i>α</i> -aromadendrene	100159-39-4	0.27	0.29	0.29	0.28	0.30
8	<i>β</i> -chamigrene	018431-82-8	0.96	0.98	1.02	1.20	1.12
9	<i>α</i> -bulnesene	003691-11-0	5.41	5.75	6.58	7.49	6.81
10	<i>β</i> -caryophyllene oxide	001139-30-6	3.94	3.66	2.71	2.30	2.87
11	patchouli alcohol	005986-55-0	53.51	54.62	50.55	51.46	49.94
12	Spathulenol	006750-60-3	0.31	0.28	0.32	0.30	0.26
13	Dihidrokaranone	019598-45-9	1.27	1.13	1.65	1.74	1.71
14	3,9-diene guaia	000489-83-8	0.33	0.25	0.45	0.38	0.45
15	Cuminaldehyde	000122-03-2	0.30	0.34	0.40	0.83	0.80
16	Komponen lain		25.8	24.9	25.96	24.2	25.5

Secara amnya, kandungan patchouli alkohol di dalam hasil ekstrak proses kombinasi ini adalah yang tertinggi jika dibandingkan dengan ketiga-tiga proses pengekstrakan yang dikaji. Daripada jadual 4.12 hingga 4.13 di atas di dapati sebanyak 55.30% kandungan patchouli alkohol adalah peratusan tertinggi direkodkan, terdapat dalam sampel nilam potong dari dua jam masa pengekstrakan. Sementara itu, kandungan patchouli alkohol yang paling rendah dicatatkan adalah sebanyak 46.34% menerusi sampel potong dengan sepuluh jam masa pengekstrakan.

Jadual 4.12 hingga 4.13 di atas juga menunjukkan bahawa komposisi kebanyakan komponen menurun apabila masa pengekstrakan meningkat. Komposisi komponen yang menurun termasuklah Patchoulene, *α*-Patchoulene, *α*-Caryophyllene, Caryophyllene oxide dan Patchouli alkohol. Terdapat juga komposisi komponen yang tidak berubah seperti Spathulenol, malah ada juga yang terus meningkat apabila masa pengekstrakan meningkat seperti 3,9-diene guaine, *α*-Guaiene dan *α*-Bulnesene, cuminaldehyde, *β*-Patchoulene, *β*-charmigrene, Dihidrokaranone, *β*-Caryophyllene dan

α -Aromadendrene. Perubahan di dalam komposisi komponen-komponen di atas adalah berpunca dari tindakbalas sampingan yang berlaku disebabkan oleh pendedahan sampel terhadap suhu didih secara berpanjangan, seperti yang telah dibincangkan di atas.

Penjelasan ini turut sama dijelaskan oleh Suryatmi(2008) yang menyatakan wujudnya kandungan komponen - komponen kimia di dalam minyak pati nilam telah menyebabkan kandungan alkohol nilam sentiasa berubah. Ini dijelaskan lagi dengan pemerhatian secara terus menerusi warna minyak nilam yang terhasil. Kandungan komponen kimia yang terkandung di dalam minyak nilam ini juga memainkan peranan dalam menentukan perubahan warna minyak nilam. Warna minyak nilam berubah daripada kuning kejernihan kepada kuning gelap bergantung kepada tempoh masa pengekstrakan tanaman nilam dan juga komponen yang terdapat didalamnya.

4.4 DESIGN OF EXPERIMENT, DOE

Satu keadaan operasi yang optimum sering digunakan dalam industri penyulingan bagi memperoleh hasil minyak yang tinggi dalam satu sistem penyulingan. Kaedah untuk mendapatkan keadaan operasi optimum(maksima/minima/suatu matlamat nilai) ini bukan sahaja memakan masa, tetapi juga perlu menghubungkaitkan pelbagai interaksi kompleks antara pelbagai parameter (Elibol, 2004; Abdel Fattah, 2005). Untuk mengatasi kesukaran ini, *Respond Surface Methodology* (RSM) boleh digunakan sebagai kaedah untuk memaksimumkan pengeluaran minyak nilam menerusi kaedah penyulingan stim.

4.4.1 Rekabentuk Kajian

Bahagian ini dijalankan untuk mempelajari tentang cara penentuan nilai maksima minyak nilam menggunakan kaedah pengekstrakan menggunakan penyulingan stim. Sampel nilam potong dipilih berdasarkan daripada hasil eksperimen menyeluruh dalam subtopik sebelumnya yang mana menunjukkan sampel nilam potong paling sesuai untuk digunakan secara meluas dalam industri penyulingan minyak nilam sebagai

persediaan sampel terbaik. Teknik pengestrakan minyak nilam yang paling praktikal dengan hasil keputusan minyak nilam yang diperolehi adalah menerusi teknik penyulingan stim.

Untuk mendapatkan keadaan operasi yang maksima, dua parameter telah dipilih sebagai pembolehubah, masa pengestrakan dan berat sampel. Parameter masa pengestrakan telahpun dikaji sebelum ini, dari 2 jam hingga 10 jam masa pengestrakan, di mana masa pengestrakan 6 jam telah dikenalpasti sebagai masa pengestrakan terbaik. Walaubagaimanapun, berat sampel bagi kesemua ujikaji sebelum ini telah ditetapkan pada 100 gram, tanpa dipelbagai. Untuk menentukan keadaan operasi yang maksima, ujikaji lanjutan telah dilakukan dengan mempelbagai berat sampel antara 50 hingga 200 gram, dengan parameter-parameter lain berada pada keadaan terbaik; masa pengestrakan selama 6 jam, sampel potong, penyulingan stim. Data-data ini diperlukan dalam perisian *Design of Experiment* (DOE) menggunakan *Respond Surface Methodology* (RSM) dengan *Central Composite Design* untuk menentukan keadaan operasi yang maksima yang memberikan hasil minyak pati nilam yang terbanyak.

Jadual 4.15 di bawah menunjukkan data yang diperolehi bagi ujikaji pengestrakan minyak nilam melalui penyulingan stim bagi sampel potong pada masa pengestrakan 6 jam. Dari jadual di bawah, didapati bahawa peratus minyak yang terekstrak meningkat dengan peningkatan berat sampel, dari 2.10% apabila 50 gram sampel digunakan, sehingga ke paras 2.88% apabila berat sampel ditingkatkan ke 150 gram. Seterusnya, apabila berat sampel ditingkatkan ke 200 gram, peratus hasil ekstrak menurun sedikit ke 2.40%.

Jadual 4.15 : Minyak nilam yang diperoleh berdasarkan perubahan berat sampel nilam potong dengan berat nilam kering yang berbeza

Berat sampel nilam (gram)	Berat minyak nilam (gram)	Peratusan minyak nilam (%)
50	1.052	2.10
100	2.716	2.72
150	4.324	2.88
200	4.809	2.40

Berdasarkan data tersebut, adalah dijangkakan bahawa berat sampel optimum berada di sekitar nilai terbaik, iaitu 150 gram. Oleh yang demikian, dapat dirumuskan bahawa data yang akan dimasukkan ke dalam perisian RSM adalah seperti yang disenaraikan di dalam jadual 4.16 yang berikut:

Jadual 4.16: Data awal yang diperlukan oleh RSM

Faktor	Minima	Nilai tengah	Maksima
Masa Pengekstrakan (Faktor 1)	4 jam	6 jam	8 jam
Berat sampel (Faktor 2)	100 gram	150 gram	200 gram

4.4.2 Rekabentuk Jadual Percubaan Pengekstrakan Minyak Nilam Menggunakan *Respond Surface Methodology* (RSM)

Nilai-nilai minima dan maksima serta nilai tengah untuk setiap parameter yang ditunjukkan dalam jadual 4.16 di atas, dimasukkan ke dalam RSM, dan *Central Composite Design* (CCD) digunakan untuk mendapatkan suatu senarai eksperimen yang perlu dijalankan untuk mendapatkan keadaan maksima bagi pengekstrakan ini. Bagi situasi di mana hanya 2 faktor yang terlibat, kaedah CCD adalah yang paling sesuai digunakan. Jadual 4.17 di bawah menunjukkan rekabentuk ujikaji dengan keadaan operasi yang perlu di jalankan, dijana dari RSM. Berikutan dengan itu, sebanyak 21 eksperimen telah dijalankan dan keputusan dari kesemua eksperimen itu dimasukkan ke dalam Jadual 4.17 sebagai response 1.

Jadual 4.17: Jadual response dari setiap eksperimen

Standard	Percubaan	Faktor 1: Masa Pengekstrakan (jam)	Faktor 2 Berat Sampel (gram)	Response 1 minyak nilam (%)
8	1	8.00	200.00	2.72
3	2	8.00	100.00	2.84
7	3	8.00	200.00	2.84
4	4	8.00	100.00	2.62
14	5	6.00	79.29	2.33
20	6	6.00	150.00	2.33
19	7	6.00	150.00	2.30
18	8	6.00	150.00	2.40
11	9	8.83	150.00	2.79
12	10	8.83	150.00	2.62
2	11	4.00	100.00	1.92
16	12	6.00	220.71	2.46
1	13	4.00	100.00	1.91
21	14	6.00	150.00	2.40
17	15	6.00	150.00	2.45
13	16	6.00	79.29	2.29
6	17	4.00	200.00	2.21
15	18	6.00	220.71	2.46
10	19	3.17	150.00	2.13
5	20	4.00	200.00	2.16
9	21	3.17	150.00	2.00

Objektif kajian ini ialah untuk mencari model yang sesuai, yang boleh digunakan untuk meramal keputusan hasil ekstrak minyak nilam berdasarkan input parameter yang diberi, di dalam sistem penyulingan stim bagi sampel potong. Jadual 4.18 menunjukkan ringkasan rekabentuk dari RSM dengan menggunakan CCD.

Jadual 4.18: Ringkasan Rekabentuk

Jenis Kajian	:Permukaan Gerak Balas		Bilangan Eksperimen	:21			
Rekaan Awal Model	: <i>Central Composite Design</i>		No blok	:tiada			
Rekabentuk	:Kuadratik						
Respon	Nama	Unit	Eksperimen	Minimum	Maksimum	Trans	Model
Y1	Minyak nilam	%	21	1.91	2.84	tiada	linear
Faktor	Nama	Unit	Jenis	Rendah sebenar	Tinggi sebenar	Rendah berkod	Tinggi berkod
A	Masa	Jam	Nombor	4.00	8.00	-1.00	1.00
B	Berat	Gram	Nombor	100.00	200.00	-1.00	1.00

Dari Jadual 4.18 di atas, dapat diperhatikan bahawa di dalam kaedah RSM, model kuadratik telah digunakan pada peringkat awal di dalam menguji input parameter yang diberi pada nilai minimum dan maksimum, iaitu bagi Response Y1 (peratus minyak nilam), serta nilai faktor terendah dan tertinggi berkod, -1 dan 1, bagi Faktor A (masa pengekstrakan) dan Faktor B (berat sampel). Adalah didapati dari analisis RSM bahawa model linear adalah lebih tepat bagi mewakili sistem penyulingan stim ini, berbanding model kuadratik.

Model am kuadratik yang digunakan di dalam RSM bagi memproses kesemua 21 set eksperimen adalah seperti di bawah:

$$Y_u = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_{ui} + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_{ui}^2 + \sum_{1 \leq i < j \leq k} \beta_{ij} X_{ui} X_{uj} \dots\dots\dots(2)$$

di mana Y_u = meramalkan tindakbalas, β_0 = mengimbangi istilah (offset term), β_i = sebutan linear, β_{ii} = istilah selaras dan β_{ij} = sebutan saling tindakan. Analisis regresi (*regression*) telah diusahakan oleh DOE.6.0.8 ,Stat-Ease Inc. Minneapolis.

Ekspirimen dijalankan dalam satu sistem secara rambang untuk mengelakkan kecenderungan sistematik. Data percubaan telah dianalisis menggunakan ujian ANOVA. Kesesuaian model ditentukan oleh nilai P. Nilai $P \leq 0.03$ dianggap boleh diterima pakai. Menjawab respond Y1 untuk minyak nilam yang telah diekstrak dihubung kaitkan dengan dua pembolehubah yang dikaji dengan menggunakan analisis regresi pelbagai. Analisis regresi telah dijalankan menggunakan Design Expert v.6.0.8 (Stat-Ease Inc. Minneapolis), yang kemudiannya digunakan untuk menentukan kepentingan setiap faktor yang disiasat. Satu persamaan regresi untuk Y1 sebagai fungsi masa pengekstrakan (X1), dan berat sampel (X2), dengan interaksi menggunakan pekali-pekali regresi linear dan kuadratik, faktor utama dan linear oleh pekali-pekali regresi linear interaksi diterbitkan melalui persamaan berikut:

Persamaan untuk minyak nilam yang terhasil adalah seperti berikut:

$$Y1 = 1.32181 + 0.14469X1 + 1.33033E-003X2 \dots\dots\dots(3)$$

Pekali dengan satu faktor mewakili kesan faktor tertentu, sementara pekali dengan dua faktor menunjukkan interaksi antara dua perkara. Pekali dengan syarat peringkat pertama menandakan faktor kesan linear. Model dipilih berdasarkan kelas tertinggi polinomial iaitu model signifikan dan tidak bertindan (Lazic, 2004).

4.4.3 Semakan Kecukupan Model (*Model Adequacy Check*)

Bagi menilai kecukupan atau ketepatan model menggunakan ANOVA, nilai penting yang diperhatikan ialah nilai kebarangkalian F, yang merupakan nisbah min kuasa dua disebabkan oleh *residue*. Nilai-nilai "Prob > F" kurang daripada 0.0500 menunjukkan model tersebut adalah signifikan. Sebaik sahaja kesahihan dan kecukupan model regresi telah ditaksir, CCD sangat berguna untuk mengenal pasti pembolehubah - pembolehubah yang memberi pengaruh yang nyata sekali di dalam proses tersebut. Dalam kes ini A dan B, ialah syarat-syarat model signifikan. merujuk kepada X1 (masa pengekstrakan) dan X2 (berat sampel) ditunjukkan di dalam jadual 4.19 di bawah.

Jadual 4.19: Analisis ANOVA untuk model persamaan linear bagi pengestrakan minyak nilam

Punca	Hasil tambah kuasa dua	DF	Kuasa dua min	Nilai F	Kemungkinan > F	
Model	1.41	2	0.71	77.33	< 0.0001	siknifikan
A	1.34	1	1.34	146.90	< 0.0001	
B	0.071	1	0.071	7.76	0.0122	
Residue	0.16	18	0.454			
Kurang Padan	0.093	6	0.016	2.63	0.0726	Tidak siknifikan
Ralat nyata	0.071	12	0.2942			
Jumlah Cor	1.57	20				
Sisihan Piawai	0.096			R ²	0.8957	
Purata	2.39			Pelarasan R ²	0.8842	
Ketepatan Adeq	22.675			Ramalan r ²	0.8512	

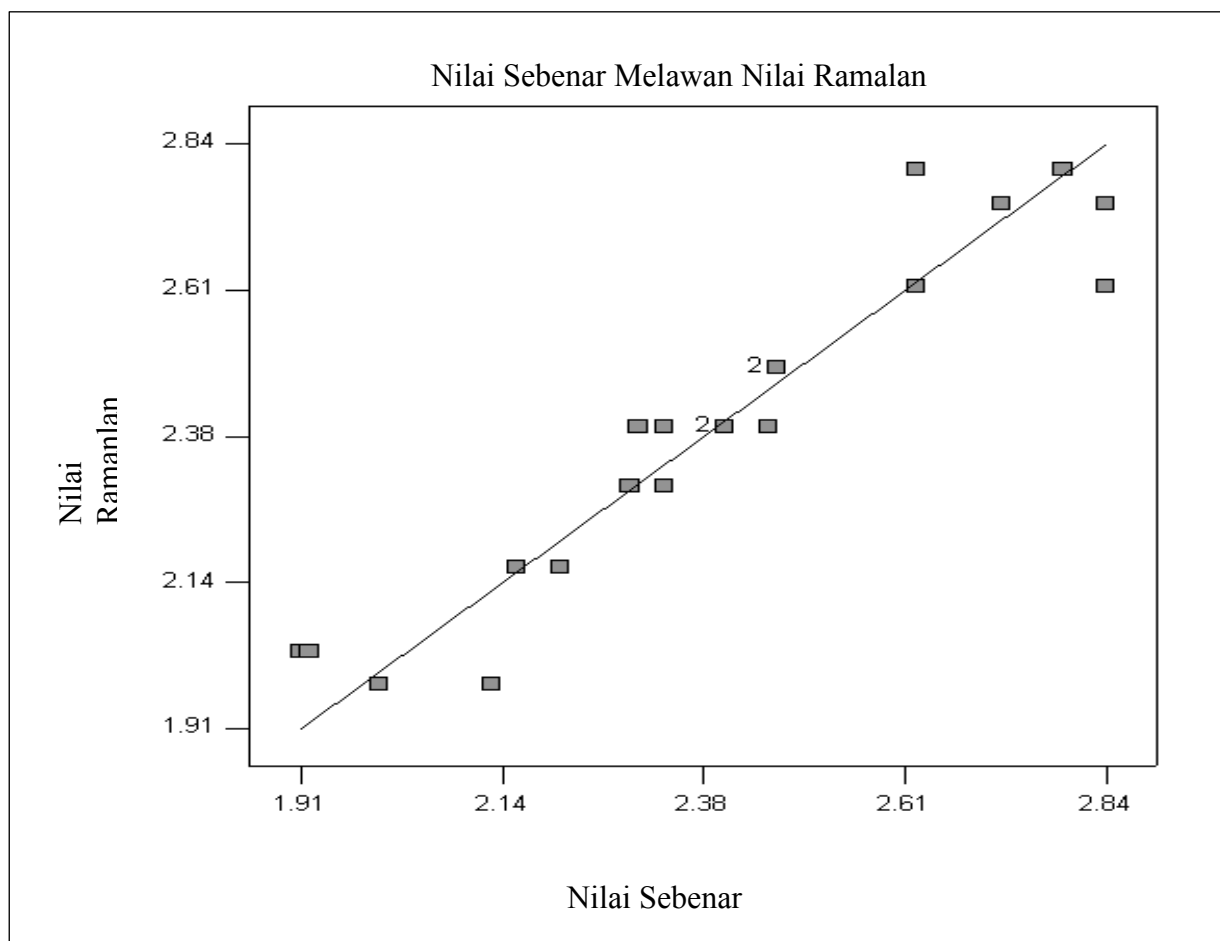
Setelah menghasilkan persamaan model regresi yang mewakili kesan setiap pembolehubah termasuk interaksi mereka dengan satu sama lain pada jumlah minyak nilam yang dihasilkan, satu analisis untuk menilai kecukupan model telah dijalankan menggunakan perisian yang sama. Kriteria pertama dalam menilai kecukupan model ialah dengan melihat kepada kesesuaian model dari sudut pekali, nilai *R-squared* (R²) yang merujuk kepada ketepatan model meramal keputusan berbanding nilai sebenar (Carley,(2004).

R-squared untuk model linear yang disyorkan bagi system ini ialah 0.8957, bermaksud ketepatan ramalan yang baik. Menurut nilai *R-squared* yang terhasil menunjukkan, 89.57% variasi sampel mungkin dianggap berpunca daripada pembolehubah dan hanya 10.43% jumlah varian tidak boleh diterangkan oleh model. Menggunakan model regresi linear yang diterbitkan, nilai puratus minyak nilam dikira bagi kesemua 21 eksperimen dan nilai ramalan ini dibandingkan dengan sebenar dan disenaraikan dalam Jadual 4.20:

Jadual 4.20 : Perbandingan antara nilai sebenar dan nilai ramalan

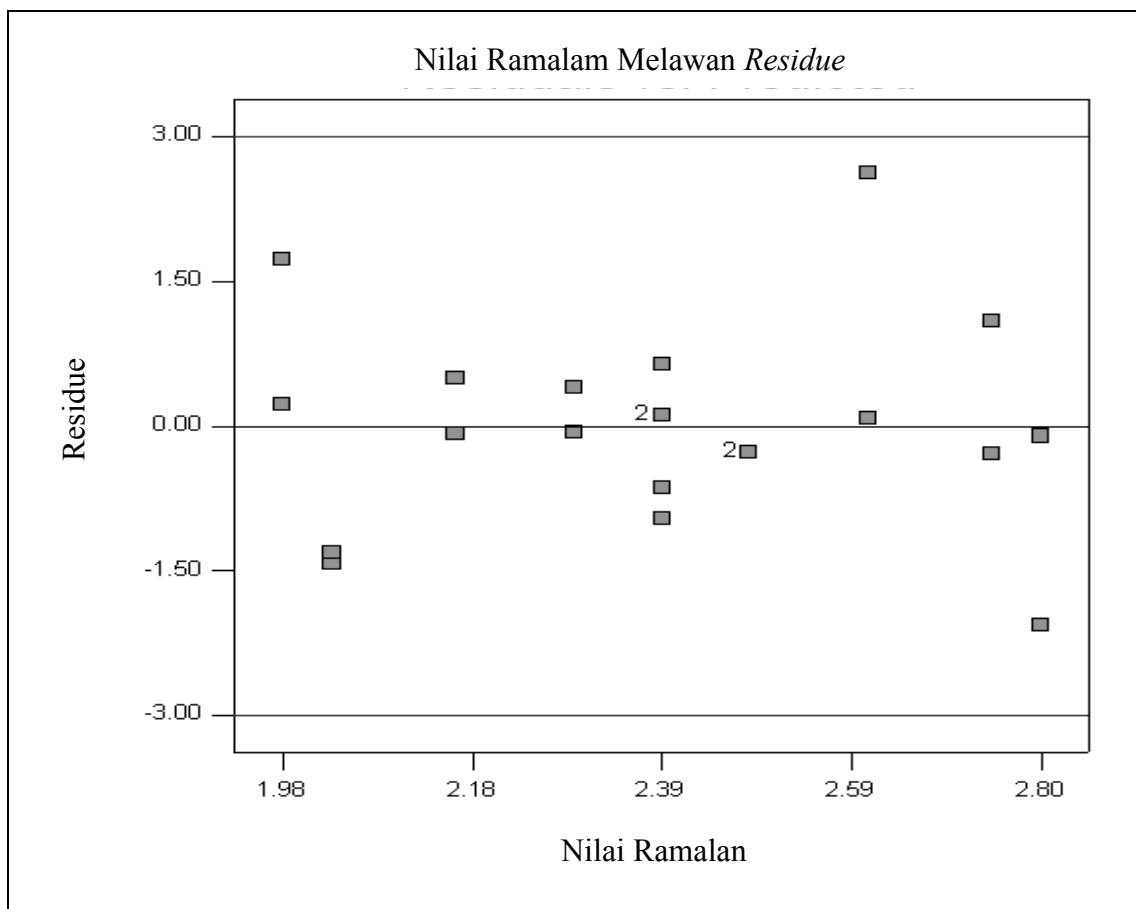
Eksperimen	Nilai Sebenar	Nilai Ramalan	Residue
1	1.91	2.03	-0.12
2	1.92	2.03	-0.11
3	2.84	2.61	0.23
4	2.62	2.61	0.378
5	2.16	2.17	-0.3312
6	2.21	2.17	0.043
7	2.84	2.75	0.095
8	2.72	2.75	-0.025
9	2.00	1.98	0.020
10	2.13	1.98	0.15
11	2.79	2.80	-0.4366
12	2.62	2.80	-0.18
13	2.29	2.30	-0.2716
14	2.33	2.30	0.035
15	2.46	2.48	-0.024
16	2.46	2.48	-0.024
17	2.45	2.39	-0.060
18	2.40	2.39	-0.010
19	2.30	2.39	-0.090
20	2.33	2.39	-0.060
21	2.40	2.39	0.010

Dari jadual di atas, dapat diperhatikan bahawa nilai residue adalah kecil bagi keseluruhan eksperimen dan ini dapat dilihat dengan lebih jelas apabila keputusan ini diplotkan, seperti yang ditunjukkan dalam rajah 4.5.



Rajah 4.5: Data sebenar melawan data ramalan ANOVA

Rajah di atas jelas menunjukkan bahawa taburan nilai terletak di sekitar garis lurus 45° , yang membawa maksud bahawa data yang dihasilkan dari model linear tersebut menghampiri nilai sebenar yang diperolehi dari eksperimen. Sementara itu, rajah 4.6 menunjukkan graf yang melibatkan residue dan nilai ramalan yang menunjukkan taburan data yang rambang dan tidak sistematik. Ini menunjukkan bahawa tiada corak-corak atau aliran antara nilai-nilai negatif dan positif, secara langsung ia menunjukkan satu pengedaran yang baik tanpa kesilapan. Baki nilai-nilai ramalan adalah di antara -3.00 dan 3.00, dengan kesemua 100% jumlah nilai berada diantaranya. Oleh yang demikian, nilai pengedah (p value) telah ditentukan sebanyak 3.0. Ini telah menunjukkan ketepatan meramal dan memerhatikan nilai ramalan dan berada di dalam lingkungan garisan *residue*.



Rajah 4.6: Graf taburan nilai ramalan melawan *residuals*

Bagi menilai keberkesanan model regresi yang dijanakan, perisian ini juga menilai data yang diperolehi oleh perisian dengan menggunakan kaedah ANOVA, yang sangat berguna dalam menentukan kesan nyata pemboleh ubah - pemboleh ubah proses bagi tindakbalas dan melayakkan polinomial peringkat pertama mempamerkan data percubaan. Jadual 4.21 menunjukkan hasil analisis berbalas (ANOVA) untuk pengeskrakan minyak nilam bagi model persamaan linear.

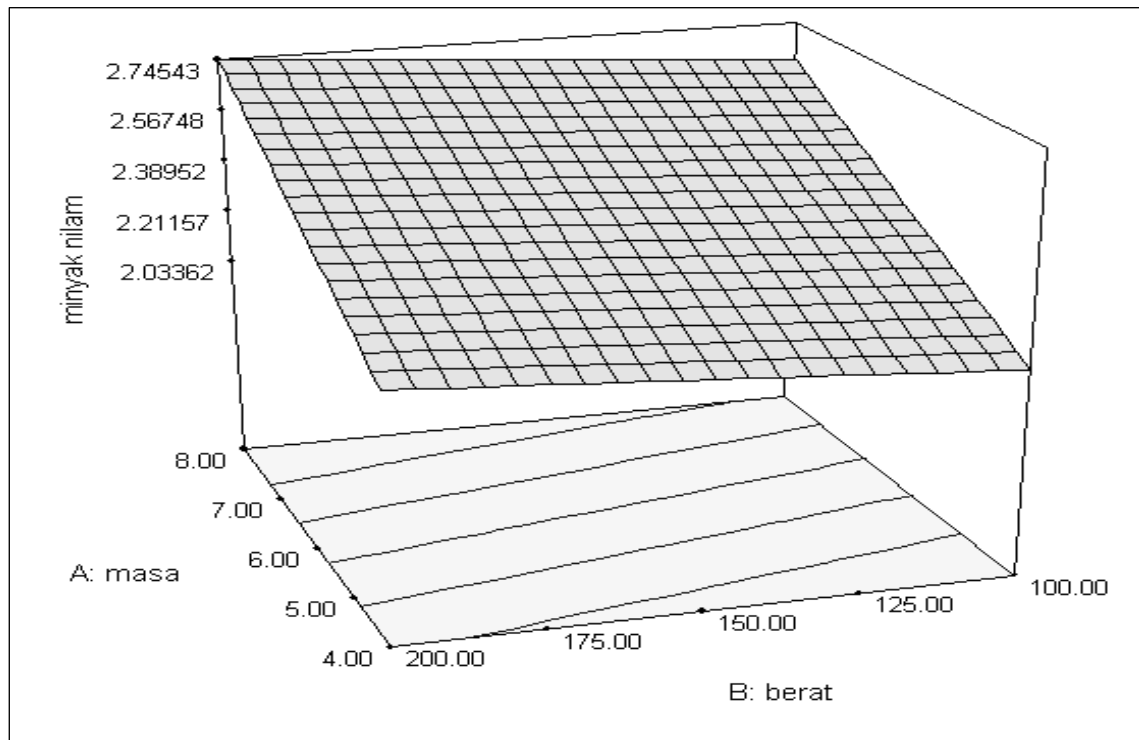
Jadual 4.21: Analisis ANOVA untuk pengekstrakan minyak nilam

Punca	Hasil tambah kuasa dua	Darjah Kebebasan	Min Kuasa Dua	Nilai F-
Regresi	1.41	2	0.71	77.33
<i>Residue</i>	0.16	18	0.454	
Jumlah	1.57	20		
R ²	0.8957			

Bagi menilai kecukupan atau ketepatan model menggunakan ANOVA, nilai penting yang diperhatikan ialah nilai F, yang merupakan nisbah min kuasa dua disebabkan oleh regresi bagi min kuasa dua melibatkan ralat *residue*. Secara umumnya nilai F dari ANOVA sepatutnya lebih besar bagi menyenaraikan nilai untuk model supaya dianggap sesuai. Nilai F yang dikira bagi model pengeluaran minyak nilam ini ialah 77.33, iaitu melebihi nilai F untuk 95%. Sebaik sahaja kesahihan dan kecukupan model regresi telah ditaksir, sistem ini sangat berguna untuk mengenal pasti pembolehubah - pembolehubah yang mempengaruhi proses dengan nyata sekali.

Faktor dengan nilai p-value terendah dan nilai F tertinggi dianggap paling signifikan. Adalah nyata yang sebutan linear mempunyai kebanyakan kesan pada K dengan p-value 0.0001 di nilai F iaitu 77.33. Faktor lain dianggap sebagai penting bagi persamaan linear. Nilai penghad untuk p ialah 0.03, dan berdasarkan kepada tahap keyakinan yang telah ditetapkan untuk analisis ANOVA; maka semua faktor dengan p-value lebih rendah dari 3% adalah dikira signifikan. Faktor lain yang tidak disebut adalah faktor-faktor tidak signifikan atau menjejaskan jumlah minyak nilam yang diramal dalam proses ini.

Kesan kedua – dua pembolehubah tak bersandar terhadap pengeluaran minyak nilam boleh diperhatikan di dalam plot permukaan 3D melawan kedua-dua pembolehubah tak bersandar. Plot-plot kontur ditunjukkan dengan jelas dalam rajah 4.7 di bawah bagi pengeluaran minyak nilam yang maksima.



Rajah 4.7: Visual 3- D bagi persamaan yang terbentuk menggunakan sistem ANOVA

Kontur lurus yang diperolehi menggambarkan satu interaksi sempurna antara pembolehubah tak bersandar. Pengeluaran minyak pati nilam meningkat selaras dengan perubahan berat dan masa pengekstrakan yang berlaku. Daripada rajah 4.7 di atas menyatakan bahawa nilai maksimum boleh diperolehi bagi parameter masa dan berat sampel yang telah ditetapkan.

Model regresi ini telah meramal dengan tepat hasil pengeluaran minyak nilam. Titik maksimum daripada dua faktor perimeter dalam pengekstrakan minyak nilam menerusi kaedah permukaan gerak balas telah digunakan dan tiga dimensi plot telah ditetapkan. Rajah 4.7 menunjukkan garis permukaan gerak balas untuk dua pembolehubah dalam pengekstrakan minyak nilam. Permukaan gerak balas mewakili satu hasil minyak nilam sebagai fungsi berat sampel dan masa pengekstrakan dengan mudah memahami interaksi dua matra ini dan juga mengesan tahap respons yang maksima.

Masa pengekstrakan memberi satu parameter yang bernilai bagi penghasilan minyak nilam. Interaksi antara masa pengekstrakan dan berat sampel ditunjukkan di dalam graf yang terhasil di atas. Rajah 4.7 di atas juga menghasilkan satu nilai maksimum dalam pengekstrakan minyak nilam yang mana nilai ramalan tersebut memerlukan data eksperimen untuk membuktikan ketepatan ramalannya sepertimana tertera di dalam jadual 4.22 di bawah. Eksperimen di lakukan dengan mengikut parameter yang telah ditentukan.

Jadual 4.22: Perbandingan nilai minyak nilam yang diperolehi.

Keadaan	Selepas Pengoptimum		
	Jumlah	Minyak nilam (%)	
		Nilai Ramalan	Nilai Sebenar
Berat sampel (gram)	200	2.75	2.82
Masa Pengesktrakan (jam)	8		

Hasil ekstrak dari eksperimen menunjukkan sebanyak 2.82% hasil terekstrak, iaitu 2.55% lebih tinggi dari nilai ramalan yang dikira dari model linear yang disyorkan dan boleh diterima pakai. Oleh yang demikian, perisian DOE ini boleh digunapakai dalam menentukan nilai maksima proses pengekstrakan minyak pati nilam dengan menggunakan teknik penyulingan stim bagi masa antara 4 hingga 8 jam dan berat sampel antara 100 hingga 200 gram.

BAB LIMA

KESIMPULAN DAN CADANGAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan kepada hasil dari kajian ini beberapa kesimpulan boleh dibuat berhubung dengan pelbagai teknik pengekstrakan minyak pati nilam serta parameter-parameter yang mempengaruhi peratus hasil ekstrak yang diperolehi. Kesimpulan yang dibuat adalah seperti yang tersenarai seperti berikut:

- i. Daripada kajian ini adalah di dapati bahawa sampel potong merupakan sampel yang terbaik bagi memastikan hasil ekstrak yang optimum, diikuti oleh sampel kasar dan sampel asal.
- ii. Hasil kajian mendapati kaedah penyulingan stim merupakan kaedah yang terbaik di dalam mengekstrak minyak nilam berdasarkan jumlah ekstrak yang terhasil. Ini diikuti oleh kaedah kombinasi prarawatan ultrasonik dan penyulingan hidro, dan seterusnya kaedah penyulingan hidro.
- iii. Dari kajian ini, di dapati dalam julat masa pengekstrakan 2 hingga 10 jam, adalah di dapati masa pengkestrakan 6 jam adalah yang terbaik, dengan perolehan hasil ekstrak yang optimum diperolehi menerusi kaedah penyulingan stim.

- iv. Dari analisis GCMS mendapati bahawa kandungan patchouli alkohol di dalam kesemua sampel ekstrak melebihi dari 30%, iaitu peratus minima yang boleh diterima dalam pasaran minyak pati nilam. Kandungan patchouli alkohol yang tertinggi dijumpai menerusi kaedah kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro iaitu sebanyak 55.30%.
- v. Kajian bagi menentukan model terbaik yang boleh mewakili proses pengekstrakan ini telah dijalankan melalui perisian *Response Surface Methodology* (RSM) dengan menggunakan sampel potong secara penyulingan stim. Dari model ini, eksperimen telah dijalankan pada keadaan operasi maksima, dan hasil ekstrak menunjukkan perolehan minyak nilam sebanyak 2.82%. Nilai ini adalah 3.67% lebih tinggi berbanding hasil minyak yang diperolehi sebelum pengoptimuman dilakukan iaitu sebanyak 2.72%.

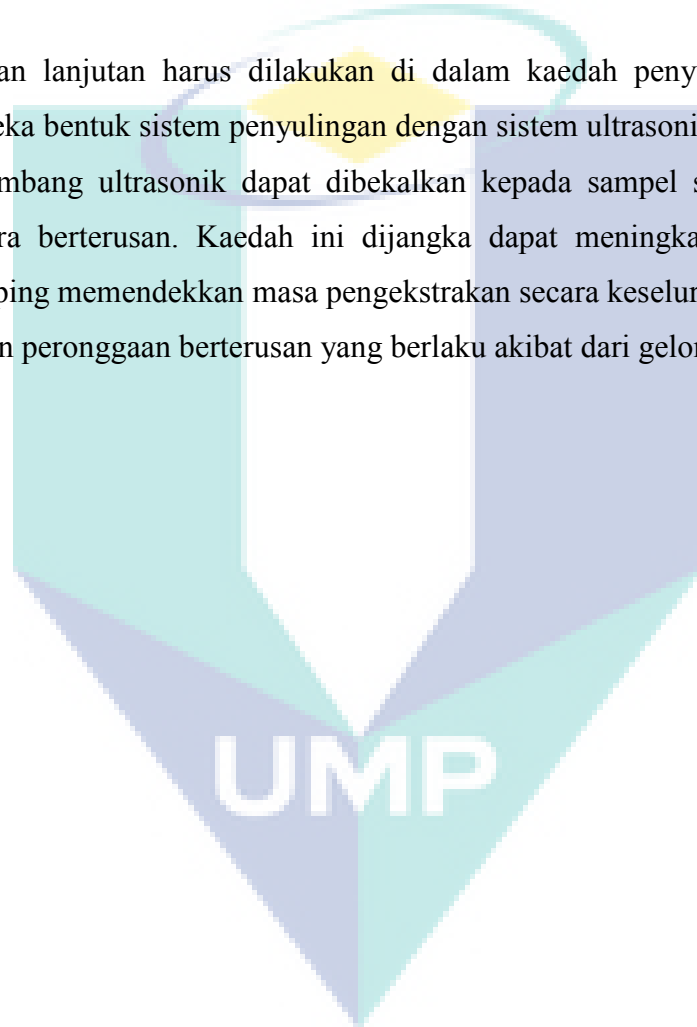
5.2 Cadangan

Berdasarkan kajian yang telah dibuat, terdapat beberapa cadangan yang boleh disyorkan untuk dijalankan bagi meningkatkan kualiti penyelidikan minyak nilam pada masa hadapan.

- i. Pengekstrakan skala loji pandu harus dilakukan dengan keadaan operasi optimum yang disyorkan dari kajian ini bagi mengkaji keberkesanannya dalam operasi skala besar. Kajian skala loji pandu ini akan dapat membantu di dalam merekabentuk sistem yang efektif untuk mengekstrak minyak nilam secara komersial.
- ii. Kajian juga disyorkan untuk dijalankan pada suhu dan tekanan yang berbeza, di samping penambahan faktor pencampuran atau pengacauan berterusan bagi melihat sejauh mana faktor-faktor ini mempengaruhi hasil serta kualiti produk yang terhasil. Salah satu cara bagi mencapai hasrat ini ialah dengan menjalankan

pengekstrakan menggunakan kaedah '*turbo distillation extractor*', yang amat sesuai digunakan di dalam pengekstrakan minyak pati di Perancis.

- iii. Kajian kos juga boleh dijalankan bagi menilai keberkesanan kos pelaburan yang dibuat ke atas sesuatu kaedah pengekstrakan berbanding peningkatan hasil dan kualiti produk, sebelum sesuatu keputusan boleh dibuat.
- iv. Kajian lanjutan harus dilakukan di dalam kaedah penyulingan hidro dengan mereka bentuk sistem penyulingan dengan sistem ultrasonik digabungkan supaya gelombang ultrasonik dapat dibekalkan kepada sampel semasa pengekstrakan secara berterusan. Kaedah ini dijangka dapat meningkatkan hasil ekstrak di samping memendekkan masa pengekstrakan secara keseluruhan di sebabkan oleh kesan peronggaan berterusan yang berlaku akibat dari gelombang ultrasonik.



RUJUKAN

- Abdel, F., Abdullah, B. and Mohamed, B. 2005. *Estimating Subsurface Drain Spacing Considering Evaporation From Bare Soil*. Irrigation And Drainage. **54**(5): 571–578
- Abdul, R.M.D. 1998. *Pengenalan Dan Penggunaan Herba Ubatan*. Selangor, Malaysia: Multi Triple Sdn Bhd
- Adusumilli, S. and Gedu, S. 2005. *An Enantiospecific Total Synthesis Of (-)-Patchouli Alcohol*. Tetrahedron Asymmetry Journal. **16**(24): 3992-3997
- Amir, H. B. A, Manijhe, M.A, Hossein,M.B., Zahra, B.C., A Zahir, M.H.D .. 2007. *Effect Of Exposure Parameters On A Cavitation Induced By Low-Level Dual-Frequency Ultrasound*. Ultrasonics Sonochemistry. **14**(6); 783-789
- Andi, C., Katherine, R., Sallie, M. and Lesley, M. 1997. *The Encyclopedia Of Herbs And Spices*.Hermes House, London
- Anonim. 1998. *Analisis Sifat Fisiko-kimia Minyak Nilam*. Jakarta: Badan Standarisasi Nasional
- Anonim. 2003. *Data Hasil Produksi Perkebunan Propinsi Nanggroe Aceh Darusalam Dalam Sepuluh Tahun*. Banda Aceh: Dinas Perkebunan Propinsi Nad
- Anonimous. 2002. *Raw Material And Processing*. www. H&Rscents. com. Dibaca pada 27 Januari 2011
- Anonimous. 1991 . *Standar Nasional Indonesia Minyak Nilam (SNI 06-2385-1991)*. Jakarta. : Dewan Standarisasi Nasional.
- Anthony, J.. 2003. *Design Of Experiment For Engineer And Scientist*. New York : Butterworth Heinamann Publication
- Basu , S., and Irawan. 1997. *Manajemen Pemasara Modern*. Yogyakarta: Liberty

- Battaglia, S.. 1995. *The Complete Guide To Aromatherapy*. Australia: The Perfect Potion
- Bel Air. 2006. www.terapialami.com. Dibaca pada 28 Januari 2011
- Benama. 2009. *Kementerian Tingkatkan Penghasilan Minyak Pati Berskala Komersil* bertarikh 16 Jun 2009
- Blitz, J. 1971. *Ultrasonics: Methods and Applications*. , New York: Van Nonstrand Reinhold Company
- Bowles, E.J.. 1995. *The Essential Oil Chemistry Workbook*. Australia: Fast Books
- Box, G.E.P. And Wilson, K.B.. 1951. *On The Experimental Attainment Of Optimum Conditions (With Discussion)*. Journal Of The Royal Statistical Society Series B . **13**(1):1–45
- Brown, D.. 1995. *The Encyclopedia Of Herbs And Their Uses*. New York : The Royal Horticulture Society Dorling Kindersley
- Bauer, K., Garbe, D. and Surburg, H..1997. *Common Fragrance And Flavour Materials: Preparation, Properties And Used* (Third Ed.). Weinheim: Wiley-Vch, 205
- Ca'Rcel, A.J., Benedito, A.C., Rossello, B., Mulet, A.. 2005. *Influence Of Ultrasound Intensity On Mass Transfer In Apple Immersed In A Sucrose Solution*. Journal of Food Engineering. **78**(2):. 472-479
- Carley, K.M., Kamneva, N.Y. and Reminga, J. 2004. *Technical Report of Response Surfaces Methodology CASOS*. USA: School of Computer Science, Carnegie Mellon University, ISRI-CASOS.CMU-ISRI-04-136
- Clevenger, J.H.. 1928. *Apparatus for the determination of volatile oil*. Journal of American Pharmaceutical Association, **17**:346
- Dahlan, D. 1989. *Model Matematik Pengaruh Tekanan Uap Terhadap Rendemen Penyulingan Minyak Nilam*. Tesis Fakultas Pasca Sarjana, Institut Pertanian Bogor: 133
- Deperindag. 1993. *Pengembangan ma-ta dagang minyak nilam kawasanpasar masyarakat Eropa*. Jakarta : BadanPengembangan Ekspor Nasional. :41
- Djazuli, M. 2002. *Pengaruh Aplikasi Kompos Limbah Penyulingan Mi-Nyak Nilam Terhadap Pertumbuhan Dan Produksi Tanaman Nilam (Pogostemon Cablin L.)* Prosiding Seminar Nasional Dan Pameran Pertanian Organik. Jakarta, 2 - 3 Julai 2002:323 - 332

- Douglas, M.J., Heyes, B.. 2005. *Herbs, spices and essential oils: post-harvest operations in developing countries* . New Zealand: Smallfield NZ: Institute for Crop and Food Research Ltd
- Dummond, H.M.. 1960. *Patchouli Oil*. Journal Of Parfumary And Essential Oil Record.:215
- Eikani, M.H., Fereshteh, G., Soosan,R. 2007. *Subcritical Water Extraction Of Essential Oils From Coriander Seeds (Coriandrum Sativum L.)*. Journal Of Food Engineering. **80**:735-740
- Elibol, M. 2004. *Optimization Of Medium Composition For Actinorhodin Production ByStreptomyces Coelicolor A3 (2) With Response Surface Methodology*. Process Biochem **39**: 1057-1062
- Ensminger, D. E. 1988: *Acoustic and electroacoustic methods of dewatering and dryin*. Drying Tech. **6**: 473
- Fabienne, D., Laurence, P., Shuiqin, W., Anthony,C., Joseph, C. and Michel,S.. 2006. *The Diverse Sesquiterpene Profile Of Patchouli,Next Term Pogostemon Cablin, Is Correlated With A Limited Number Of Sesquiterpene Synthases*. Archives Of Biochemistry And Biophysics. **454(2)**:123-136
- Fang,C., Yangzhao,S., Guanghua,Z., Xiaojun,L., Xiaosong,H., Jihong,W., A Zhengfu,W.. 2007 . *Optimization Of Ultrasound-Assisted A Extraction Of Anthocyanins In Red Raspberries And Identification Of Anthocyanins In Extract Using High-Performance Liquid Chromatography–Mass Spectrometry*. Ultrasonics Sonochemistry. **14(6)**: 767-778
- Feri, M.. 2007. *Perkembangan Teknologi Pengolahan Dan Penggunaan Minyak Nilam Serta Pemanfaatan Limbahnya*. Aceh. Balai Penelitian Tanaman Obat Dan Aromatik :44-54
- Gildemeister, E., Hoftman, Fr.. 1956. *Die Ätherischen Öle, Vol. IV*, Berlin: Akademie-Verlag
- Grainge, E. and Ahmed, S.. 1987. *Handbook Of Plant With Pest Con-Trol Properties*. New York: A Wiley-Intercience Publication
- Grieve, M. 2003. *A Modern Herbal, Patchouli*. www.Botanical.Com. Dibaca pada 28 Januari 2011
- Guenther, E. 1948. *The Essensial Oils*. Vol.1.D. New York: Van Nostrand Compay. Inc.: 367

- Guenther, E. 1987. *Minyak Atsiri Jilid I*. Penerjemah S. Ketaren. Jakarta Indonesia: Penerbit Universitas Indonesia
- Guenther, E. 1990. *Minyak Atsiri Jilid III*. Penerjemah S. Ketaren. Jakarta Indonesia: Penerbit Universitas Indonesia
- Guenther, E. 1949. *The Production Of Essential Oils*. The Essential Oils. New York: D. Van Nostrand Company Inc. 218
- Haagen-Smit, A.J.. 1949. *The Chemistry, Origin And Function Of Essential Oil In Plant Life*. Guenther, E. The Essential Oils. New York: D. Van Nostrand Company Inc. 18
- Harfizal. 2002. *Jurnal Saint Dan Tek-Nologi*. www.ipitek.net.id. Dibaca pada 2 Febuari 2011.
- Henderson, W., Hart, J.W., Howand P., and Judge J.. 1970. *Chemical and morphological studies on sites of sesquiterpene accumulation in Pogostemon cablin (Patchouli)*. *Phytochemistry*. **9**:1219–1228
- Heyne, K.. 1987. *Tumbuhan Berguna Indonesia*. Jakarta : Terjemahan Badan Litbang Kehutanan.
- Hu, L.F., Li, S.P., Cao, H., Liu, J.J., Gao, J.L., Yang, F.Q., Wang, Y.T.. 2005. *GC-MS Fingerprint Of Pogostemon Cablin In China*. *China. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* **42(2)**: 200-206
- Hunter, E., Box, G, Hunter, W.G.. 2005. *Statistics For Experimenters: Design, Innovation, And Discovery*, 2nd Edition, Canada : John Wiley and Sons Inc.
- Imansyah, B.S.. 2006. *Sehatkah Rumah Kita Dengan Nuansa Aromatik*. Jakarta: Pikiran Rakyat.
- Ivana, T. S., Lazic, M.L., Veljkovic, V.B.. 2006. *Ultrasonic Aaextraction Of Oil From Tobacco (Nicotiana Tabacum L.) Seeds*. *Ultrasonics Sonochemistry* , **14(5)**:646-652
- Jime'Nez, G. Beltra, N., Uceda, M., Estacio, N.D.O.Y.E.. 2007. *High-Power Ultrasound In Olive Paste Pretreatment. Effect On A Process Yield And Virgin Olive Oil Characteristics*. **14(6)**: 725-731
- Julia, L.. 1995. *The Illustrated Encyclopedia Of Essential Oils*. London: Element Books, Inc

- Ketaren, S.. 1985. *Pengantar Teknologi Minyak Atsiri*. Jakarta: , Pn Balai Pustaka
- Kuntal, D., Nilesh, K., Gupta, S., Vijayabhaskar and Manjunath. 2011. *Antimicrobial Potential Of Patchouli Oil Cultivated Under Acidic Soil Zone Of South India*
- La, T.. 2011. *Tumbuhan Nilam Yang Kini Bernilai Tinggi*. Portal Berita Kendari Pos. Artikel pada 21 Julai 2011. Di baca pada 20 September 2011
- Law, A.M. and Kelton, W.D.. 1991. *Simulation Modeling And Analysis*. New York : Mcgraw-Hill, Inc
- Lazic and Zivorad . 2004. *Design Of Experiment In Chemical Engineering*. New York : Mc Graw Hill Publication
- Lise, M.. 1999. *Sacred Luxuries: Fragrance, Aromatherapy & Cosmetics. Ancient Egypt*. Ithaca, New York: Cornell University Press
- Luque-Garcia, J. L.; Luque de Castro, M. D.. 2003. *Ultrasound: a powerful tool for leaching*. TrAC, Trends in Analytical Chemistry .**22(1)**: 41-47
- Lutony, Tony, L. and Rahmayati, Y.. 2002. *Minyak Asiri*. Jakarta: Penebar Swadaya
- Mangun, H.M.S.. 2006. *Nilam*. Jakarta: Penebar Swadaya
- Mardiningsih, T.L., Wikardi, E.A., Wiratno and Ma'mun. 1998. *Nilam Sebagai Bahan Baku Insektisida Nabati. Monograf Nilam*. Bogor: Balitro
- Maria, T.E., Hopman, G., Patricia, C.E., Michiel, W.P., Bleeker.2005. *Ultrasound: a reproducible method to measure conduit vein compliance*. J Appl Physiol **98**: 1878–1883
- Mauludi, Ludi, Ariful A.. 2005. *Profil Investasi Pengusahaan Nilam*. Bogor: Unit Komersialisasi Teknologi Balitro : 42
- Meyer, B.. 1984. *Natural Essential Oils. Extraction Processes And Aplica-Tion To Some Major Oils*. Perfumer And Flavorist . **9** : 93 - 104
- Naf, F., Decorzant, R., Giersch, W. and Ohloff, G..1981. *Helv. Chim. Acta*. **64**:1387–1397
- Nor Azah, M.A., Zaridah, M.Z., Abd. Majid, J., Abu Said, A., Mohd. Faridz, Z., and Rohani. 2007. *A Chemical Composition of Essential Oils And Theirrelated Biological Activities*. Forest Research Institute Malaysia (Frim) And Institute Of Medical Research Malaysia

- Nurdjannah, N. and Ma'mun. 1994. *Pengeringan Bahan Dan Penyim-Panan Daun Nilam Kering*. Bogor : Puslitbangtri. Pembe-Ritaan Litantri .1 - 2: 11 - 15
- Oyen, D.N.. 1999. *Plant Resources Of Shouth East Asia (Prosea)19 Essential Oil Plant*. Bongor: Backhoys Publisher, Leider The Netherland
- Parry J.W. 1969. *Spices Vol Iand 2. .* New York : Chemical Publishing Company
- Pharmacopeia , C.O.P.. 2000. *Pharmacopoeia Of The People's Republic Of China (English Edition)*. Beijing: Chemical Industry Press
- Pino, J.H., Ayala, A.M., Afonso and González, V.. 2001. *Cloud-Point Preconcentration And Hplc Determination Of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons In Marine Sediments*. Fresen. J. Anal. Chem. **371**: 526–53
- Price, S.. 1993.*Shirley Price's Aromatherapy Workbook*. London: Uk: Thorsons
- Reza, F., Kamis.2011. *Harga Minyak Nilam Naik* . Majalah Medan Bisnes. Dibaca pada pada 24 September 2011
- Robbins, S.R.J. 1983. *Natural Essential Oils. Current Trends In Production, Marketing And Demand*. Perfumer And Flavorish. **8**:75-82
- Robert, B. T.. 1977. *The Art Of Aromatherapy*. Rochester, Vt: Healing Arts Press
- Romdhane, M. and Gourdon, C.. 2002. *Investigation In Solid-Liquid Extraction: Influence Of Ultrasound*. Chemical Engineering Journal. **87**:11-19
- Rozenberg, L.D.. 1973. *Physical Principles Of Ultrasonic Technology*. London: Plenum Press
- Rusli, S.. 1991. *Pemurnian/Peningkatan Mutu Minyak Nilam Dan Daun Cengkeh. Prosiding Pengembangan Tanaman Atsiri Di Sumatera, dan Bukit Tinggi*. Bogor : Balai Pene-Litian Tanaman Rempah Dan Obat: **4 – 8** :89 - 96
- Santoso, B.H.. 1990. *Bertanam Nilam*. Yogyakarta: Kanusius
- Sari, E., Sundari, E. 2006. *Upaya Peningkatan Kualitas Dan Permasalahan Perdagangan Minyak Nilam Di Sumatera Barat*. Prosiding Konferensi Nasional Minyak Atsiri 2006
- Sastroamidjojo, S.. 1988. *Obat Asli Indonseia. Khusus Tumbuh-Tumbuhan Yang Terdapat Di Indonesia*. Catakan Ke Empat. Jakarta:Penerbit Dian Rakyat

- Sastrohamidjojo, H.. 2004. *Kimia Minyak Atsiri* Edisi : Cet.1 Yogyakarta: Gama Publisher
- Singh, S., Sharma, S., and Ramesh . 2002. *Herbage, Oil Yield And Oil Quality Of Patchouli [Pogostemon Cablin (Blanco) Benth.] Influenced By Irrigation, A Organic Mulch And Nitrogen Application In Semi-Arid Tropical Climate*. Volume A **14** : 4
- Soekartawi. 1999. *Agribisnes, Teori Dan Aplikasinya*. Jakarta: Raja Grafindo Persada
- Sofian, R.. 1977. *Cara Penyulingan Daun Nilam Mempengaruhi Rendemen Dan Mutu Minyaknya*. Pembr. Lpti. **24**.:1-14
- Somantri, A.S.. 1999. *Simulasi Model Pindah Panas Pada Sistem Kondensasi Alat Penyuling*. Prosiding dalam Seminar Bulanan Balai Penelitian Tanaman Rempah Dan Obat, Bogor
- Stephen , M.. 1940 *A New Dictionary of Chemistry*. London: Longmans Green
- Sudaryani,T. and Sugiharti, E.. 1998. *Budidaya Dan Penyulingan Nilam*. Jakarta: Penebar Swasdaya
- Sufriadi, E., and Mustanir .2004. *Strategi Pengembangan Menyeluruh Terhadap Minyak Nilam Patchouli Oil) Di Provinsi Nanggroe Aceh Darussalam*. Banda Aceh: Universitas Syiah Kuala
- Sumangat, D., and Risfaheri. 1998. *Standar dan Masalah Mutu Minyak Nilam Indonesia*. Monograf Nilam **5** : 108- 115
- Supawan, B., George, B.L., Thanapat, S. and Nijsiri, R.. 2006. *Chemical Constituents from Leaves and Cell Cultures of Pogostemon cablin and Use of Precursor Feeding to Improve Patchouli Alcohol Level* .Science Asia Journal.**32**:293-296
- Tan, H.S.. 1962. *Minyak Atsiri*. Balai Penelitian Kimia Pnpr. Nupika-Yasa Deperindag. Bogor: Penerbit Kantor Dan Penyuluhan Deperin-Dag
- Thomas, V.M, Gilbert,S., and I'awel,F.. 1995. *A Total Synthesis Of ARat-Patchouli Alcohol*. Tmahedron Letiers, **36**(42) : 7607-7610
- Tilaar, M.. 2005. *Articles and Tips Aroma Terapi*. Jakarta : Martha Tilaar Group Of Companies

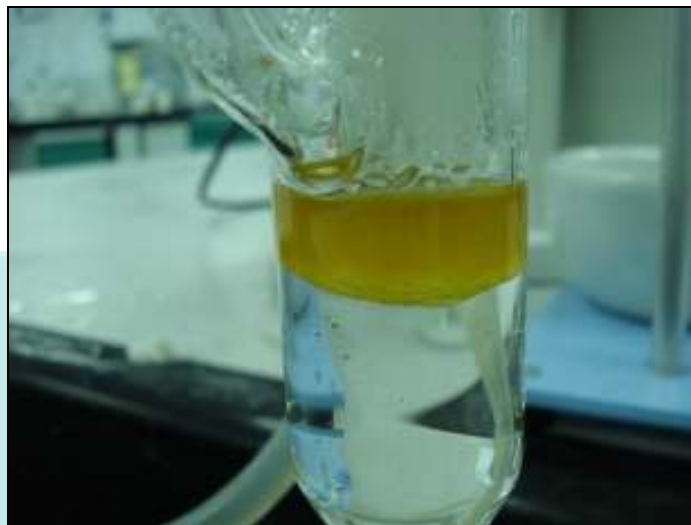
- Toma, M., Vinatoru, M., Paniwnyk, L. and Mason, T. J.. 2001. *Investigation of the effect of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction*. *Ultrasonics Sonochemistry* **8**: 137–142
- Tsai, Y.C., Hsu, H.C., Yang, W.C., Tsai, W.J., Chen, C.C., Watanabe, T.. 2006. ' *α -Bulnesene, a PAF inhibitor isolated from the essential oil of Pogostemon cablin*. *Fitoterapia*. **78(1)**: 7-11
- Utusan Malaysia. 2001. *Mardi Terokai Nilai Herba Malaysia*. Bertarikh 2 April 2001
- Utusan Malaysia . 2002. *Herba Di Malaysia Terbaik Di Dunia*. Bertarikh 08 April 2002
- Vinatoru, M., Toma, M., and Mason, T. J.. 1999. *Ultrasound-assisted extraction of bioactive principles from plants and their constituents*. *Advances in Sonochemistry* **5**: 209–247
- Wangner, H.. 1982. *Parmazietische Biologie: Drogen Und Ihre Inhaltsstoffe* **2** : 49-50
- Williams, D.G.. 1996. *The Chemistry of Essential Oils*. UK: Micelle Press
- Zalila, I.. 2008. *Herba: Khazanah Bernilai*. www.yadim.com.my. Bertarikh 17 March 2008. Di baca pada 20 September 2010



UMP

LAMPIRAN A

PENGEKSTRAKAN MINYAK NILAM



Minyak nilam yang terhasil semasa proses pengekstrakan

$$\text{Hasil minyak pati (\%)} = \frac{\text{Berat minyak pati terhasil (g)}}{\text{Berat sampel nilam kering(g)}} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

Contoh,

Berat sampel: 100 gram

Berat Minyak Nilam: 2.72 grams

Peratusan minyak:

$$= \frac{2.72\text{g}}{100\text{g}} \times 100\%$$

$$= 2.72\%$$



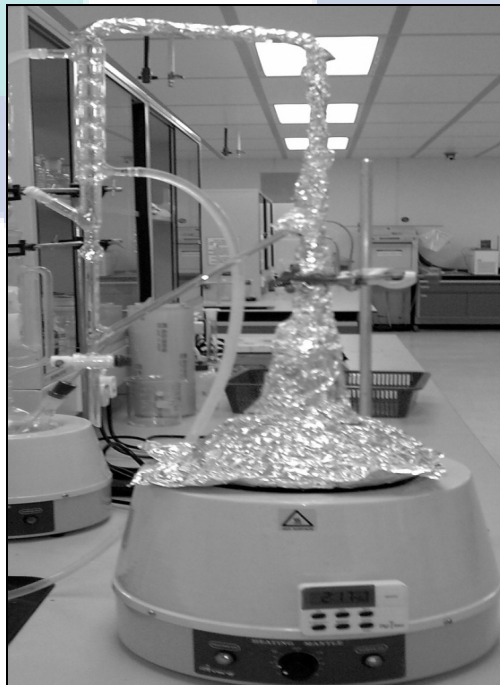
Gambar 3.5: Mesin Pengisar (Disk Mill FFC-45A, China)



Gambar 3.6: Mesin Pengayak Bergetar (FRITSCH, Idor-Oberstein)



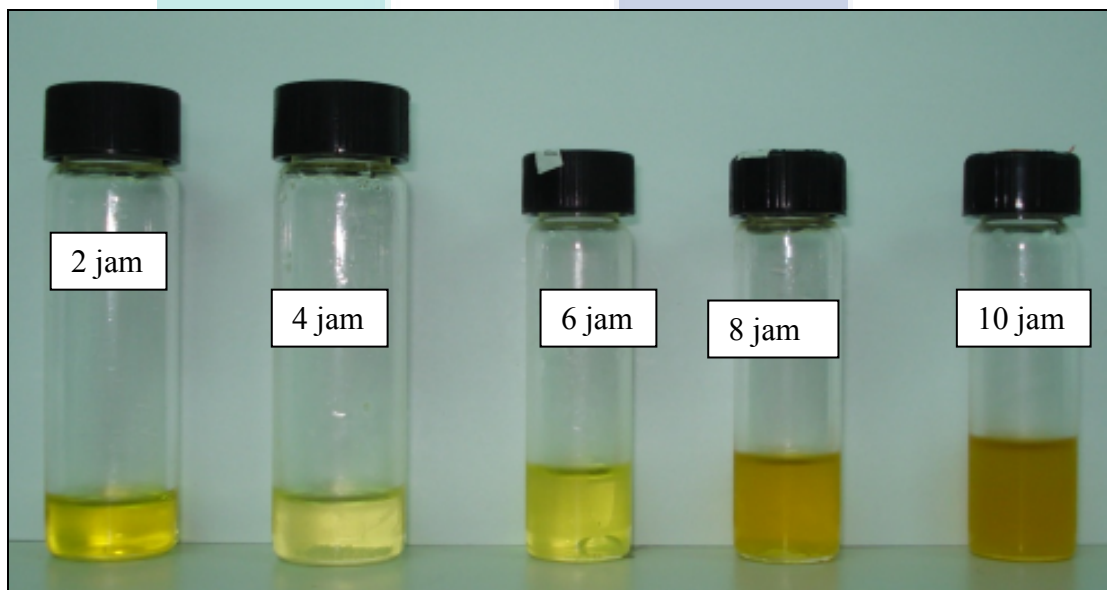
Gambar 3.7: Radas penyulingan stim



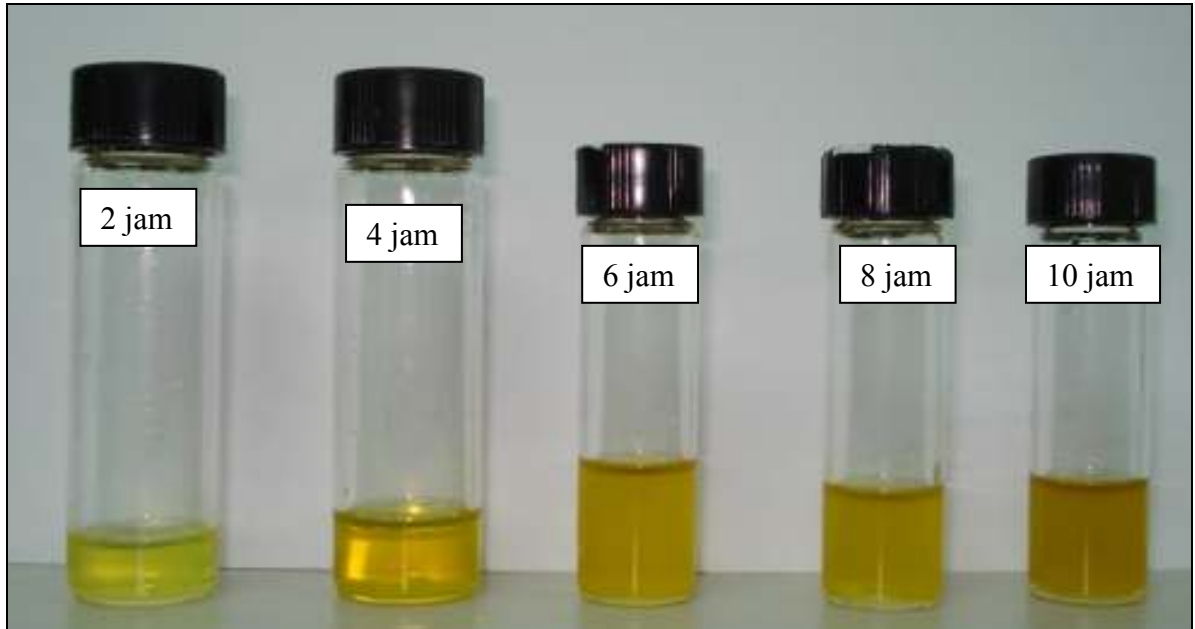
Gambar 3.8: Radas penyulingan hidro



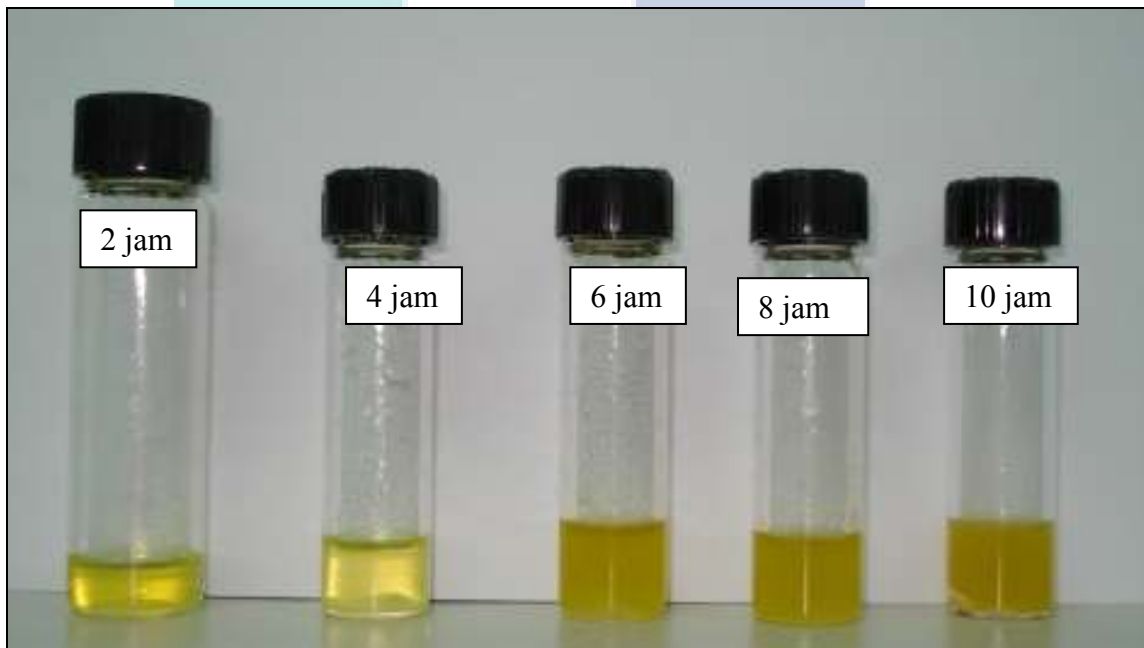
Gambar 3.9: Bekas Ultrasonik (Elmasonic S300H Ultrasonic Cleaner/ Htw, Jerman)



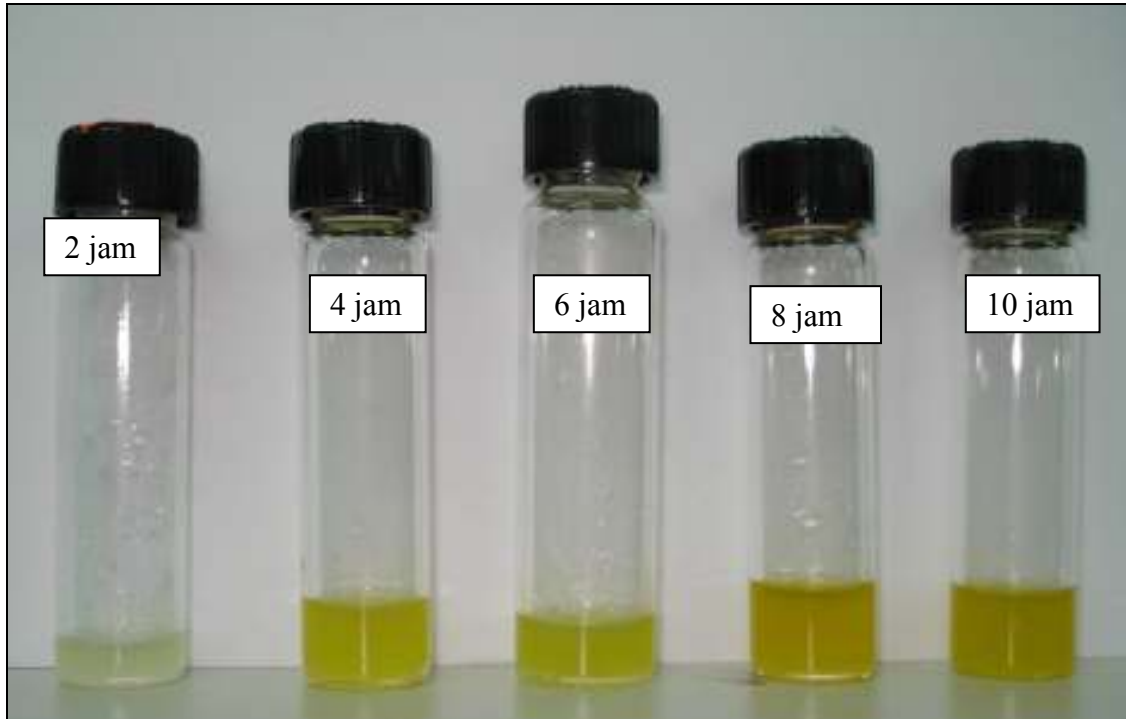
Minyak nilam yang terhasil daripada sampel asal menerusi penyulingan hidro



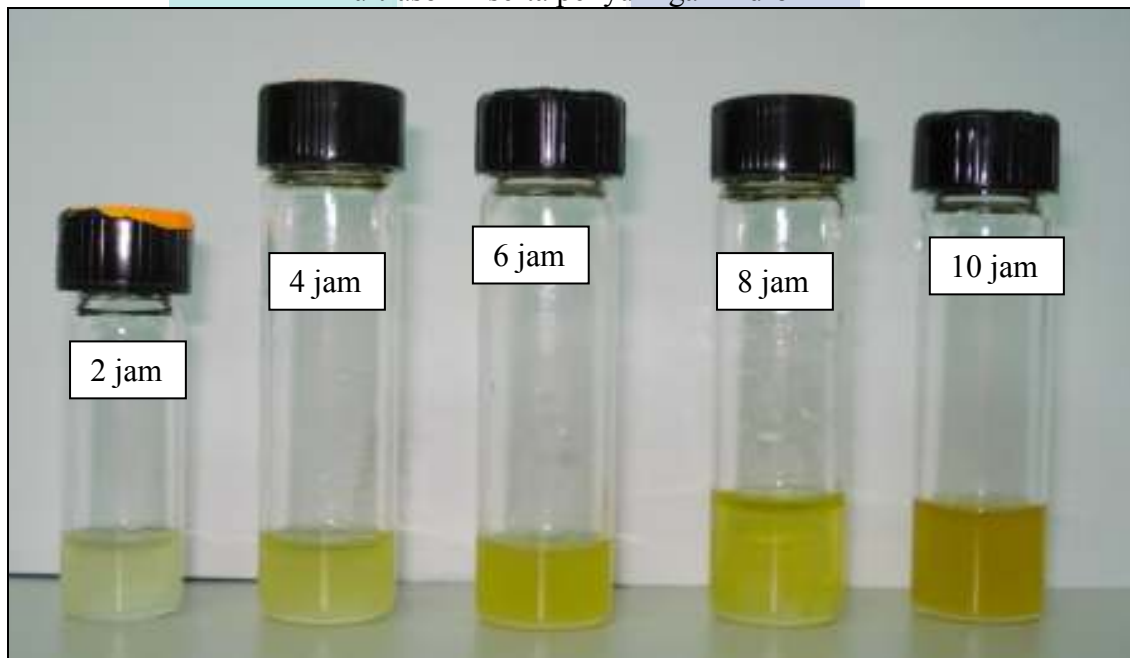
Minyak nilam yang terhasil daripada sampel potong menerusi penyulingan hidro



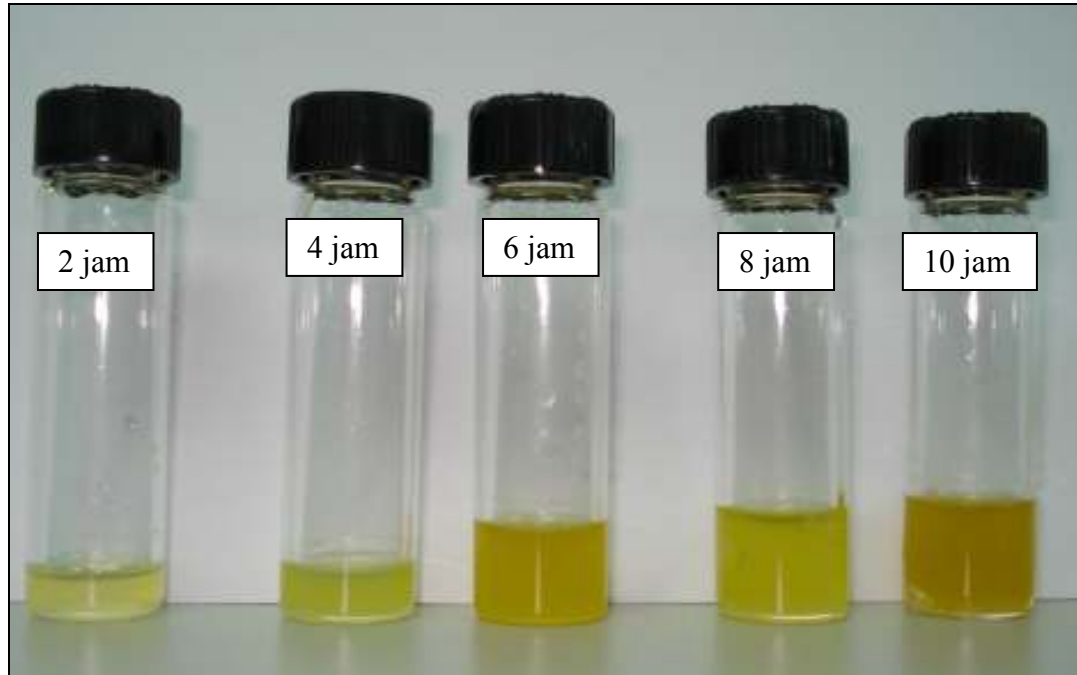
Minyak nilam yang terhasil daripada sampel kasar menerusi penyulingan hidro



Minyak nilam yang terhasil daripada sampel asal menerusi kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro



Minyak nilam yang terhasil daripada sampel nilam potong menerusi kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro

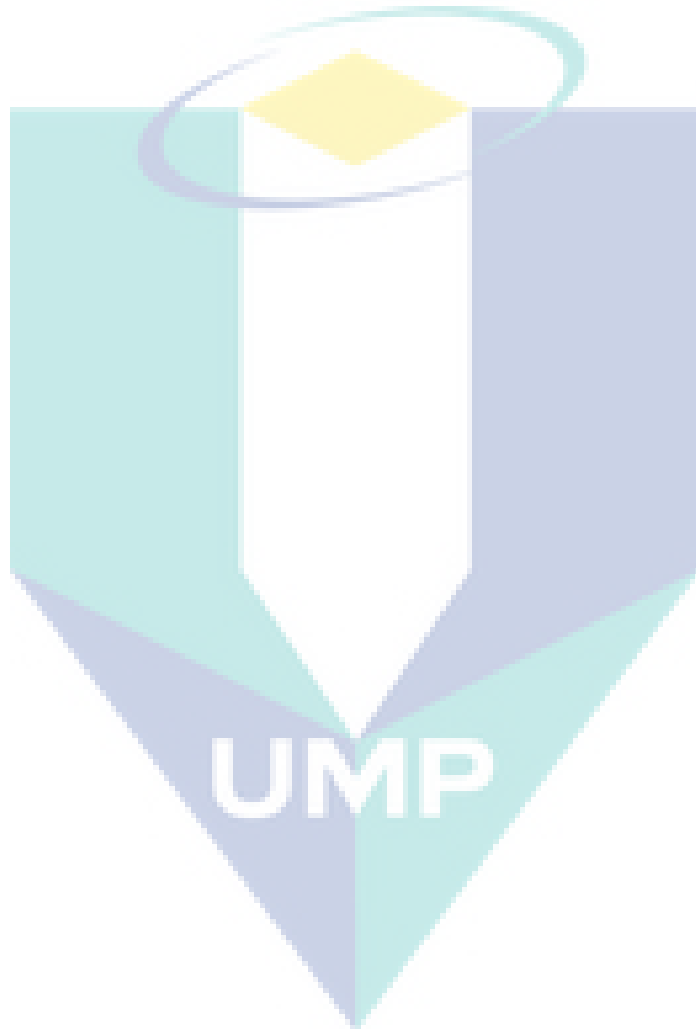


Minyak nilam yang terhasil daripada sampel nilam kasar menerusi kombinasi prarawatan ultrasonik serta penyulingan hidro

UMP

LAMPIRAN B

ANALISIS DENGAN MENGGUNAKAN GC-MS



Data Path : D:\Data\cedarina\090110\
 Data File : csd2h1.D
 Acq On : 11 Jan 2009 00:07
 Operator :
 Sample : cut sd 2 hours
 Misc :
 ALS Vial : 6 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\NIST05a.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: ChemStation Integrator - autoint1.e

Ret	Area	Library/ID	Ref	CAS#	Qual
8.000	1.42	C:\Database\NIST05a.L			
		4,7-Methanoazulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4,9,9-tetramethyl-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,7.alpha.)]-	60016	000514-51-2	98
		4,7-Methanoazulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4,9,9-tetramethyl-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,7.alpha.)]-	60018	000514-51-2	94
		4,7-Methanoazulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4,9,9-tetramethyl-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,7.alpha.)]-	60012	000514-51-2	93
9.568	0.81	C:\Database\NIST05a.L			
		p-Menth-3-en-9-ol	25547	015714-10-0	47
		Cyclopropanecarboxylic acid, 2,2-dimethyl-3-(2-methyl-1-propenyl)-, 2-methyl-4-oxo-3-(2-pentenyl)-2-cyclopenten-1-yl ester, [1R-(1.alpha.,3.beta.)]-	142588	004466-14-2	47
		1-Allyloxy-4-methoxy-benzene	31779	013391-35-0	38
10.110	10.97	C:\Database\NIST05a.L			
		Azulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,7.alpha.)]-	60026	003691-12-1	99
		Azulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,7.alpha.)]-	60027	003691-12-1	98
		Azulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1.alpha.,4.alpha.,7.alpha.)]-	60028	003691-12-1	91
10.227	1.50	C:\Database\NIST05a.L			
		Caryophyllene	59797	000087-44-5	99
		Caryophyllene	59802	000087-44-5	99
		Bicyclo[5.2.0]nonane, 2-methylene-4,8,8-trimethyl-4-vinyl-	59917	242794-76-9	96
11.095	4.85	C:\Database\NIST05a.L			
		1H-3a,7-Methanoazulene, 2,3,6,7,8,8a-hexahydro-1,4,9,9-tetramethyl-, (1.alpha.,3a.alpha.,7.alpha.,8a.b eta.)-	60044	000560-32-7	91
		1H-3a,7-Methanoazulene, 2,3,6,7,8,8a-hexahydro-1,4,9,9-tetramethyl-, (1.alpha.,3a.alpha.,7.alpha.,8a.b eta.)-	60042	000560-32-7	78
		4H-1-Benzopyran-4-one, 2,3-dihydro	59700	049687-93-0	25

-7-methyl-2-(1-methylethyl)-			
6	11.195	8.02	C:\Database\NIST05a.L Phenol, 2,6-dimethyl- [-]-.alpha.-Panasinsen Cyclobutanecarboxylic acid, 3,5-di methylphenyl ester 9629 000576-26-1 38 59853 056633-28-4 38 59894 1000307-43-8 38
7	11.457	1.20	C:\Database\NIST05a.L Patchoulene 1H-Cycloprop[e]azulene, 1a,2,3,4,4 a,5,6,7b-octahydro-1,1,4,7-tetra methyl-, [1aR-(1a.alpha.,4.alpha.,4a .beta.,7b.alpha.)]- 1H-Cycloprop[e]azulene, 1a,2,3,4,4 a,5,6,7b-octahydro-1,1,4,7-tetra methyl-, [1aR-(1a.alpha.,4.alpha.,4a .beta.,7b.alpha.)]- 59793 001405-16-9 99 60090 000489-40-7 94 60089 000489-40-7 93
8	11.649	0.70	C:\Database\NIST05a.L .alpha.-Caryophyllene cis-.alpha.-Bisabolene 1,4,7,-Cycloundecatriene, 1,5,9,9- tetramethyl-, 2,2,2- 59848 006753-98-6 86 59850 029837-07-8 70 59900 1000062-61-9 49
9	11.783	0.29	C:\Database\NIST05a.L Humulen-(VI) 1H-Cycloprop[e]azulene, decahydro- 1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1aR -(1a.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.b eta.,7b.alpha.)]- Caryophyllene 59798 1000159-39-4 91 60077 025246-27-9 91 59801 000087-44-5 90
10	12.331	2.33	C:\Database\NIST05a.L Cadrene-V6 Aciphyllene Caryophyllene-(II) 59786 1000162-76-8 97 59792 087745-31-1 95 59838 1000158-38-5 86
11	12.442	0.28	C:\Database\NIST05a.L 2-Isopropenyl-4a,8-dimethyl-1,2,3, 4,4a,5,6,8a-octahydronaphthalene Cycloheptane, 4-methylene-1-methyl -2-(2-methyl-1-propen-1-yl)-1-vinyl- 1- Bicyclo[5.3.0]decane, 2-methylene- 5-(1-methylvinyl)-8-methyl- 59944 1000193-57-0 95 59957 1000159-38-5 91 59929 1000159-39-3 91
12	12.487	12.34	C:\Database\NIST05a.L Azulene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydr o-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl) -, [1S-(1.alpha.,7.alpha.,8a.beta.)]- Azulene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydr o-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl) -, [1S-(1.alpha.,7.alpha.,8a.beta.)]- Azulene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydr o-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl) -, [1R-(1.alpha.,7.alpha.,8a.beta.)]- 60033 003691-11-0 99 60035 003691-11-0 98 60031 003691-11-0 93
13	13.532	0.54	C:\Database\NIST05a.L 1H-Cycloprop[e]azulene, decahydro- 1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1aR -(1a.alpha.,4a.beta.,7.alpha.,7a.b eta.,7b.alpha.)]- Aromadendrene 60075 025246-27-9 70 59796 109119-91-7 70

			1H-Cycloprop[<i>e</i>]azulene, decahydro- 1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1 <i>aR</i> - -[1 <i>a.alpha.</i> .,4 <i>a.alpha.</i> .,7.alpha.,7 <i>a.</i> beta.,7 <i>b.alpha.</i> .)]-	60080	000489-39-4	66
14	13.882	0.26	C:\Database\NIST05a.L Benzene, 2-ethyl-1,3-dimethyl- Benzene, 1,2,3,5-tetramethyl- Benzene, 1-methyl-3-(1-methylethyl-)-	14392 14380 14427	002870-04-4 000527-53-7 000535-77-3	30 30 30
15	15.170	0.20	C:\Database\NIST05a.L .gamma.-Elemene Spiro[4.5]dec-6-en-8-one, 1,7-dime- thyl-4-(1-methylethyl)- 1,5-Cyclooctadiene, 1,5-dimethyl-	59808 71412 15260	339154-91-5 039510-36-6 003760-14-3	42 38 35
16	16.120	0.68	C:\Database\NIST05a.L 1,3,6-Heptatriene, 2,5,6-trimethyl 1H-Indene, 1-ethylideneoctahydro-, trans- Spiro[2.3]hexan-4-one, 5,5-diethyl	15273 23000 24138	042123-66-0 056324-70-0 1000152-15-8	51 38 35
17	17.000	2.11	C:\Database\NIST05a.L Phenol, 3-ethyl- Bicyclo[2.2.2]oct-2-ene, 1,2,3,6-t- etramethyl- Phenol, 3-ethyl-	9604 32219 9597	000620-17-7 062376-14-1 000620-17-7	25 22 22
18	17.530	0.19	C:\Database\NIST05a.L Tricyclo[3.1.0.0(2,4)]hexane, 3,3, 6,6-tetraethyl-, trans-- 1H-Indene, 1-ethylideneoctahydro-7 a-methyl-, (1 <i>2,3a.alpha.</i> .,7 <i>a.beta.</i> .) 1H-Indene, 1-ethylideneoctahydro-7 a-methyl-, cis-	51377 32243 32229	1000150-14-4 056324-69-7 056362-87-9	60 52 47
19	17.769	0.41	C:\Database\NIST05a.L Caryophyllene oxide Caryophyllene oxide Caryophyllene oxide	71353 71350 71352	001139-30-6 001139-30-6 001139-30-6	93 74 64
20	17.962	1.96	C:\Database\NIST05a.L Caryophyllene oxide Caryophyllene oxide Cyclohexene, 5-methyl-3-(1-methyle- thanyl)-, trans-[=]-	71350 71353 15382	001139-30-6 001139-30-6 056816-00-1	94 87 50
21	18.265	0.17	C:\Database\NIST05a.L syn-Tricyclo[5.1.0.0(2,4)]oct-5-en- e, 3,3,5,6,8,8-hexamethyl- 8-Isopropenyl-1,3,3,7-tetramethyl- bicyclo[5.1.0]oct-5-en-2-one 1H-1- <i>S</i> -indene, 2,3-dihydro-1,1-d- ipropyl-	50045 69962 69912	1000161-99-5 1000189-25-8 061141-63-7	30 30 30
22	19.017	0.38	C:\Database\NIST05a.L 3,5-Dimethylcyclohex-1-ene-4-carbo- xaldehyde 12-Oxabicyclo[9.1.0]dodeca-3,7-die- ne, 1,5,5,8-tetramethyl-, [1 <i>R</i> -(1 <i>R</i> ⁺ ,3 <i>E</i> ,7 <i>E</i> ,11 <i>R</i> ⁺)]- o-Menth-8-ene	17040 71453 16285	006975-94-6 019888-34-7 015193-25-6	64 62 55
23	19.681	0.18	C:\Database\NIST05a.L But-3-enal, 2-methyl-4-(2,6,6-trim- ethyl-1-cyclohexenyl)-	61403	104900-59-6	49

			Benzenemethanol, 4-hydroxy- (+)-Longicauphenylene	10112 000623-05-2 38 61426 1000161-37-1 38
24	20.415	1.67	C:\Database\NIST05a.L Caryophyllene oxide (-)-Spathulenol 1H-Cycloprop[<i>a</i>]azulene-7-ol, decahy- dro-1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1 <i>a</i> -(1 <i>a</i> .alpha.,4 <i>a</i> .alpha.,7.beta., 7 <i>a</i> .beta.,7 <i>b</i> .alpha.)]-	71353 001139-30-4 43 71327 077171-55-2 43 71464 006750-60-3 38
25	20.771	0.44	C:\Database\NIST05a.L Hexahydroindole (-)-Spathulenol Glyoxal monoxime, 2-(4-fluorophenyl)-	9890 018139-32-5 38 71327 077171-55-2 30 34345 017628-74-9 30
26	21.208	1.49	C:\Database\NIST05a.L Azulene, 1,2,3,5,6,7,8,8 <i>a</i> -octahydr- o-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1 <i>S</i> -(1.alpha.,7.alpha.,8 <i>a</i> .beta.)]- Azulene, 1,2,3,5,6,7,8,8 <i>a</i> -octahydr- o-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1 <i>S</i> -(1.alpha.,7.alpha.,8 <i>a</i> .beta.)]- Azulene, 1,2,3,3 <i>a</i> ,4,5,6,7-octahydr- o-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1 <i>R</i> -(1.alpha.,3 <i>a</i> .beta.,4.alpha., 7.beta.)]-	60034 003691-11-0 62 60031 003691-11-0 50 60067 022567-17-3 49
27	21.435	0.28	C:\Database\NIST05a.L 4 <i>a</i> ,7-Methano-4 <i>a</i> H-naphth[1,8 <i>a</i> - <i>b</i>]oxi- rene, octahydro-4,4,8,8-tetramethyl- (-)-Neoclovene-(I), dihydro- 1H-Cycloprop[<i>a</i>]azulene, decahydro- 1,1,4,7-tetramethyl-, [1 <i>a</i> R-(1 <i>a</i> .alp- ha.,4.beta.,4 <i>a</i> .beta.,7.beta.,7 <i>a</i> .be- ta.,7 <i>b</i> .alpha.)]-	71437 067999-56-0 70 61549 1000152-82-1 53 61572 028580-43-0 50
28	21.803	35.73	C:\Database\NIST05a.L Patchouli alcohol 6,7-Dimethoxy-2,4(1 <i>H</i> ,3 <i>H</i>)-quinazoli- nedione 1(2 <i>H</i>)-Naphthalenone, octahydro-4 <i>a</i> , 8 <i>a</i> -dimethyl-7-(1-methylethyl)-, [4 i <i>R</i> -(4 <i>a</i> .alpha.,7.beta.,8 <i>a</i> .alpha.)]-	72916 005986-55-0 95 72197 028888-44-0 25 73001 001803-39-0 25
29	22.187	4.13	C:\Database\NIST05a.L 1,4-Methanazarulene, decahydro-4,8, 8-trimethyl-9-methylene-, [1 <i>S</i> -(1 <i>a</i> . lpha.,3 <i>a</i> .beta.,4.alpha.,8 <i>a</i> .beta.)] Azulene, 1,2,3,5,6,7,8,8 <i>a</i> -octahydr- o-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1 <i>S</i> -(1.alpha.,7.alpha.,8 <i>a</i> .beta.)]- 1,4-Methano-1 <i>H</i> -indane, octahydro-4- methyl-8-methylene-7-(1-methyleth- yl)-, [1 <i>S</i> -(1.alpha.,3 <i>a</i> .beta.,4.alp- ha.,7.alpha.,7 <i>a</i> .beta.)]-	60018 000475-20-7 70 60033 003691-11-0 56 60092 003650-28-0 47
30	22.759	0.29	C:\Database\NIST05a.L Butylated Hydroxytoluene Propanoic acid, 2-methyl-3-[4- <i>t</i> -bu- tyl]phenyl- N-(1-Methyl-3-oxobutylidene)-4-met	71368 000128-37-0 46 71213 1000131-87-0 43 60607 020010-38-2 43

		hexylaniline		
31	22.974	0.41	C:\Database\NIST05a.L 1H-Cycloprop[<i>a</i>]azulen-7-ol, decahydro-1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1 <i>a</i> -(1 <i>a</i> .alpha.,4 <i>a</i> .alpha.,7.beta.,7 <i>a</i> .beta.,7 <i>b</i> .alpha.)]-Cedren-13-ol, 8-1,7,7-Trimethyl-2-vinylbicyclo[2.2.1]hept-2-ene	71444 006750-60-3 90 71333 018319-35-2 45 30905 130930-56-2 43
32	23.219	0.70	C:\Database\NIST05a.L 2(3H)-Naphthalenone, 4,4 <i>a</i> ,5,6,7,8-hexahydro-4 <i>a</i> ,5-dimethyl-3-(1-methylethylidene)-, (4 <i>a</i> - <i>cis</i>)-2H-Cycloprop[<i>a</i>]naphthalen-2-one, 1,1 <i>a</i> ,4,5,6,7,7 <i>a</i> ,7 <i>b</i> -octahydro-1,1,7,7 <i>a</i> -tetramethyl-, (1 <i>a</i> .alpha.,7.alpha.,7 <i>a</i> .alpha.,7 <i>b</i> .alpha.)-1 <i>a</i> ,4 <i>R</i> ,7 <i>R</i> ,11 <i>R</i> -1,3,4,7-Tetramethyltricyclo[5.3.1.0(4,11)]undec-2-en-8-one	69988 019598-45-0 86 69993 006831-17-0 64 69972 137235-42-8 45
33	23.534	0.19	C:\Database\NIST05a.L Aristolene epoxide Longifolenaldehyde 6,6-Dimethylcycloocta-2,4-dienone	71343 1000151-48-9 41 71344 019890-84-7 38 22798 091531-51-0 38
34	23.726	0.77	C:\Database\NIST05a.L 1,4-Methanoazulen-7(1H)-one, octahydro-4,8,8,9-tetramethyl-, (+)-Aristolene epoxide 2H-2,4 <i>a</i> -Methanonaphthalen-8(5H)-one, 1,3,4,6,7,8 <i>a</i> -hexahydro-1,1,5,5-tetramethyl-	71426 018319-28-3 52 71343 1000151-48-9 45 71452 023787-90-8 43
35	23.860	0.14	C:\Database\NIST05a.L 1H-Cycloprop[<i>a</i>]azulene, decahydro-1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1 <i>a</i> -(1 <i>a</i> .alpha.,4 <i>a</i> .beta.,7.alpha.,7 <i>a</i> .beta.,7 <i>b</i> .alpha.)]-1H-Cycloprop[<i>a</i>]azulene, decahydro-1,1,7-trimethyl-4-methylene-, [1 <i>a</i> -(1 <i>a</i> .alpha.,4 <i>a</i> .beta.,7.alpha.,7 <i>a</i> .beta.,7 <i>b</i> .alpha.)]-(-)-Caryophyllene-[11]	60076 025246-27-9 64 60077 025246-27-9 64 59854 1000156-13-1 58
36	24.892	0.28	C:\Database\NIST05a.L Phenol, 2,4-dimethyl-, acetate Benzene, 1-methoxy-4-methyl- Hydrazine, 1-methyl-1-phenyl-	31788 000877-53-2 50 9685 000104-93-8 50 9535 000618-40-6 50
37	25.049	0.30	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[5.2.0]nonane, 2-methylene-4,8,8-trimethyl-4-vinyl-3-(2- <i>isopropyl</i> -5-methylphenyl)-2-methylpropionic acid 5.alpha.-Hydroxy-4.alpha.,8,10,11-tetramethyltricyclo[6.3.0.0(2,4)]undec-10-ene	59917 242794-76-9 70 71230 005451-67-2 55 71450 141922-47-6 49
38	25.387	0.27	C:\Database\NIST05a.L 1,3,3-Trimethyl-2-hydroxymethyl-3,3-dimethyl-4-(3-methylbut-2-anyl)-cyclohexene Guala-3,9-diene Naphthalene, 1,2,3,5,6,7,8,8 <i>a</i> -octa	72990 1000144-10-7 80 59814 000489-83-8 78 60049 004630-07-3 52

			hydro-1,8a-dimethyl-7-(1-methyleth enyl)-, [1R-(1.alpha.,7.beta.,8a.a lpha.)]-		
39	25.521	0.28	C:\Database\NIST05a.L 3-Hexen-2-one Cyclohexane, methyl- 2-Pentene, 3,4-dimethyl-, (E)-	3101 3274 3329	000763-83-9 43 000108-87-2 43 004914-92-5 38
40	25.918	0.19	C:\Database\NIST05a.L 6-Isopropenyl-4,8a-dimethyl-1,2,3, 5,6,7,8,8a-octahydro-naphthalen-2- ol 3-(2-Isopropyl-5-methylphenyl)-2-m ethylpropionic acid Cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2, 4-bis(1-methylethenyl)-, [1R-(1.alpha. pha.,2.beta.,4.beta.)]-	71438 71230 60003	1000189-10-2 35 005451-67-2 60 000515-13-9 45
41	26.658	0.43	C:\Database\NIST05a.L 7-Methylthieno[3,2-b]pyridine 1H-8-Triazolo[1,5-a]pyridin-4-ium, 2-hydroxy-1-methyl-, hydroxide, 1 base salt 1,2-Benzisothiazole, 3-methyl-	22611 22551 22612	013362-83-9 43 013980-64-8 38 006187-89-9 38
42	27.390	0.18	C:\Database\NIST05a.L Bicyclo[3.2.0]nonane, 4-methylene- 2,8,8-trimethyl-2-vinyl- Caryophyllene Benzaldehyde, 4-(1-methylethyl)-	59916 59797 21799	1000159-38-2 43 000087-44-5 35 000122-03-2 25

FAME CJO.M Sun Jan 11 10:14:23 2009 CHEMSTATION



LAMPIRAN C

DATA ANALISIS DENGAN MENGGUNAKAN DESIGN OF EXPERIMENT (DOE)

