

MILIK PERPUSTAKAAN
UNIMED

Pen

PENELITIAN DANA RUTIN

Bidang : Sains Teknologi dan Rekayasa



TGL TERIMA	
ANAL	
PENCAH	
NO INDAK	07/010

LAPORAN PENELITIAN

**Pengolahan Minyak Jarak (Castor Oil)
Menjadi Bahan Pewangi (Essen) Sintetik**

Oleh :

- Drs. Marham Sitorus, M.Si
- Drs. Jamalum Purba, M.Si
- Drs. Asep Wahyu Nugraha, M.Si
- Agus Kembaren, S.Si, M.Si
- Drs. Marudut Sinaga, M.Si

Penelitian Dibiayai Dengan Dana Rutin UNIMED
Sesuai Dengan Kontrak Nomor : 01444A/J.39.10/LK/2005
Tanggal : 24 Agustus 2005

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI MEDAN
NOVEMBER 2005**

LAPORAN PENELITIAN

1. a. Judul Penelitian : Pengolahan Minyak Jarak (Castor Oil) Menjadi Bahan Pewangi (Essen) Sintetik.
b. Bidang Ilmu : MIPA
c. Kategori Penelitian : I (Mengembangkan IPTEK)

2. Ketua Peneliti
a. Nama Lengkap : Drs. Marham, Sitorus, M.Si
b. Jenis Kelamin : Laki-laki
c. Gol/Pangkat/NIP : III-d/Penata Tk I/131864166
d. Jabatan Fungsional : Lektor
e. Fakultas / Jurusan : MIPA / Kimia
f. Lembaga Penelitian : Lembaga Penelitian Universitas Negeri Medan (UNIMED)

3. Alamat Ketua Peneliti
a. Alamat Kantor : Jurusan Kimia FMIPA Unimed
Jl. Williem Iskandar Pasar V Medan Estate 20221
Telp. 061-673365
b. Alamat Rumah : Jl. Sehati Gg. Sepakat No. 6 Medan 20232
Telp. 061-6623957

4. Jumlah Anggota Peneliti : 4 (empat) orang

5. Lokasi Penelitian : Laboratorium Kimia FMIPA UNIMED

6. Lama Penelitian : 6 (enam) bulan

7. Biaya yang diperlukan : Rp. 3.000.000,- (Tiga juta rupiah)
a. Sumber dari Dana Rutin : Rp. 3.000.000,- (Tiga juta rupiah)
b. Sumber lain : —
Jumlah : Rp. 3.000.000,- (Tiga juta rupiah)

Mengetahui
Dekan FMIPA UNIMED

Prof. Drs. Manihar Situmorang, M.Sc, Ph.D
NIP. 131572430

Medan, 15 November 2005

Ketua Peneliti

Drs. Marham Sitorus, M.Si
NIP. 131864166

Mengetahui
Ketua Pusat Penelitian UNIMED

Prof. Dr. Abdulk Muin Sibuea, M.Pd
NIP. 130995473

RINGKASAN

Pengolahan Minyak Jarak (Castor Oil) Menjadi Bahan Pewangi (Essen) Sintetik

Drs. Marham Sitorus, M.Si

Telah ditentukan kadar ALB/FFA dan bilangan Iodium minyak jarak perdagangan dengan cara titrasi. Kadar ALB/FFA adalah 1,0076 % dan Bilangan Iodium adalah 13,3265 mg/g. Selanjutnya ditentukan komponen penyusunnya dengan kromatografi gas. Komposisi kimia minyak jarak adalah : asam risinoleat 73,9730 %, asam linoleat 10,6174 %, asam stearat 7,7507 %, asam metil – 11 – oktadekanoat 1,9801 % dan dihidroksi linoleat 0,7210 %.

Kemudian dilakukan sintesis tiga senyawa ester dari minyak jarak dengan cara refluks. Diperoleh hasil : (1) metil ester risinoleat (kadar 73,9730 % dan konversi 100 %). (2) metil ester asam risinoleat (kadar 58,2830 % dan konversi 78,7895 %) dan (3) diester risinoleat (kadar 55,2579 % dan konversi 74,7001 %). Ketiga ester berwujud cair, berwarna kuning jernih dan beraroma khas ester.

SUMMARY

Conversion of Castor Oil Into Synthetic Fragrance (Essen of Esther)

Drs. Marham Sitorus, M.Si

Number of free fatty acid (FFA) of commercial castor oil was 1,0076 % and number of Iodine was 13,3205 mg/g. Both number of FFA and Iodine determined by titration (volumetric). The composition of component was determined by gas chromatography. There were 73,7507 % ricinoleic acid, 10,6174 % linoleic acid, 7,7507 % stearic acid, 1,9801 % methyl-11-octadecanoic and 0,7210 % dehydroxy linoleic.

Therefore castor oil was used to make three esters by reflux. There were : (1) methyl ester ricinoleic (content 73,973 % or 100 % conversion), (2) methyl ester ricinoleic acid (content 58,2830 % or 78,7895 % conversion) and (3) diester ricinoleic (content 55,2579 % or 78,7895 % conversion). All three esters were liquid, yellow color and have the fragrance of ester.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa karena atas berkat rahmat-Nya maka penulis dapat menyelesaikan penelitian dengan judul : Pengolahan Minyak Jarak (Castor Oil) Menjadi Bahan Pewangi (Essen) Sintetik dengan baik dan lancar.

Penelitian ini dapat terlaksana dengan baik dan lancar berkat bantuan dan kerjasama antara penulis dan berbagai pihak. Oleh karena itu pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih kepada.

1. Rektor Universitas Negeri Medan (UNIMED) yang mendanai penelitian ini melalui Proyek Dana Rutin.
2. Kepala Lembaga Penelitian UNIMED dan Dekan FMIPA UNIMED yang membantu dalam kemudahan administrasi.
3. Kepala Laboratorium Kimia UNIMED yang membantu dalam pemakaian fasilitas, bantuan laboran, peralatan dan bahan kimia habis pakai untuk keperluan penelitian ini.

Penulis menyadari bahwa penelitian ini belumlah sempurna walaupun penulis telah bekerja semaksimal mungkin. Semoga bermanfaat bagi siapa saja yang menggunakannya.

Medan, November 2005

(Penulis)

DAFTAR ISI

	Halaman
Halaman Judul	i
Lembar Pengesahan	ii
Ringkasan	iii
Summary	iv
Kata Pengantar	v
Daftar Isi	vi
Daftar Tabel	viii
Daftar Lampiran	ix
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1. Latar Belakang	1
I.2. Perumusan Masalah	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
BAB III TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	7
III.1. Tujuan Penelitian	7
III.2. Manfaat Penelitian	7
BAB IV METODE PENELITIAN	8
IV.1. Tempat dan Waktu Penelitian	8
IV.2. Alat dan Bahan	8
1. Peralatan	8
2. Bahan	8
IV.3. Jalannya Penelitian	8
1. Pembuatan Larutan Standar	8
a. Larutan NaOH 0,1 N	8
b. Larutan Na ₂ S ₂ O ₃	9
2. Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas ALB/FFA	9
3. Penentuan Bilangan Iodium (metode Wijs)	9

4. Pembuatan Tiga Senyawa Ester dari Minyak Jarak	10
a. Metil ester risinoleat	10
b. Sintesis 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat ester (Ester asam risinoleat)	10
c. Sintesis 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat metil ester (Diester risinoleat)	10
BAB V HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	11
V.1. Karakteristik Minyak Jarak	11
1. Kadar asam lemak bebas (ALB/FFA)	11
2. Bilangan Iodium	12
V.2. Komposisi Asam Lemak Minyak Jarak	12
V.3. Pembuatan Tiga Senyawa Ester Dari Minyak Jarak	14
1. Metil Ester Risinoleat	14
2. Sintesis 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat ester (Ester asam risinoleat)	16
3. Sintesis 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat metil ester (Diester risinoleat)	17
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	19
VI.1. Kesimpulan	19
VI.2. Saran	19
DAFTAR PUSTAKA	20
LAMPIRAN	21

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 5.1 : Kadar Asam Lemak Bebas (ALB/FFA) Minyak Jarak	11
Tabel 5.2 : Bilangan Iodium Minyak Jarak	12
Tabel 5.3 : Komposisi Asam Lemak Penyusun Minyak Jarak	13



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran. 1 : Standarisasi NaOH 0,1 N dan Na ₂ S ₂ O ₃ 0,1 N	21
Lampiran. 2 : Kadar Asam Lemak Bebas (ALB/FFA) dan Bilangan Iodium Minyak Jarak	22
Lampiran. 3 : Kromatogram dan Komposisi Asam Lemak Penyusun Minyak Jarak Standar	23
Lampiran. 4 : Kromatogram metil ester risinoleat hasil sintesis	29
Lampiran. 5 : Kromatogram 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat ester (Ester asam risinoleat) hasil sintesis	30
Lampiran. 6 : Kromatogram 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat metil ester (Diester risinoleat) hasil sintesis	31
Lampiran. 7 : Personalia Peneliti	32
Lampiran. 8 : Curriculum Vitae Ketua Peneliti	34
Lampiran 9 : Surat Perintah Kerja (SPK)	36

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Minyak Jarak (Castor Oil) dihasilkan dari biji tanaman jarak (*Ricinus communis*) yang banyak tumbuh di daerah tropis dan subtropis. Komponen utama minyak jarak adalah trigliserida dari asam risinoleat yang dapat mencapai 89,5 % sehingga minyak jarak sering disebut trigliserida risinoleat (Jayant, 2003). Berdasarkan penelitian Marlina dkk (2004), komposisi minyak jarak Aceh adalah 87 % risinoleat, 7 % oleat, 3 % linoleat dan 1 % stearat dan sisanya dihidroksi stearat yang dianalisis dengan cara Kromatografi Gas (GC).

Minyak jarak adalah merupakan salah satu jenis golongan lipida yang tidak dapat dikonsumsi (non edible oil), namun bahan olahannya sangat luas digunakan dalam berbagai industri. Sejauh ini minyak jarak telah dimanfaatkan untuk industri : pelumas, pewarna, resin, pemlastis (plasticizer), furnis, tinta, adesif, laminatif, pelarut dan pelapis (Jayant 2003, Marlina dkk 2004 dan Ginting 2004).

Pengolahan minyak jarak dalam berbagai industri pada hakekatnya adalah merupakan konversi risinoleat yang merupakan komponen utama menjadi senyawa lain yang lebih bermanfaat. Risinoleat mempunyai struktur yang spesifik dan sangat jarang dimiliki asam-asam lemak pada umumnya. Asam risinoleat mengandung gugus hidroksil (- OH) pada gugus samping (- R) dengan nama kimia 12 - hidroksi oktadeka cis - 9 - enoat. Dengan demikian asam risinoleat juga merupakan asam lemak tak jenuh dengan satu ikatan rangkap pada C₉ dengan total karbon C₁₈.

Berdasarkan gugus fungsional trigliserida risinoleat terdiri dari tiga gugus fungsional yaitu ester, alkena dan hidroksil. Pengolahan secara kimia risinoleat difokuskan pada transformasi tiga gugus fungsional tersebut, baik secara tunggal maupun simultan dan beturutan. (Warren 1994 dan Jayant 2003).

Beberapa transformasi risinoleat yang telah peneliti terdahulu lakukan antara lain adalah sebagai berikut : Ikan (1995) mengemukakan pirolisis terhadap gugus alkena akan menghasilkan heptaldehid dan 10-asam undekanoat yang sangat luas

digunakan pada industri parfum dan kosmetika. Sutiani dkk (2004), telah mentransformasi gugus hidroksi ($-OH$) menjadi plastik poliurethan yang "Biodegradeble". Jayant 2003 mengemukakan sulfonasi terhadap alkena akan menghasilkan minyak parfum Turkey yang sangat mahal harganya. Disamping itu transformasinya menjadi sabun diperkirakan akan menghasilkan sabun dengan busa superaktif. Ginting (2004), telah mensintesa asam risinoleat dari minyak jarak secara interesterifikasi dengan randemen cukup tinggi yaitu sekitar 80 %. Asam risinoleat juga merupakan bahan baku untuk industri parfum, kosmetika dan minyak pelumas serta bahan pembuatan fatty acid yang sangat mahal harganya pada industri "Oleochemicals"

Berdasarkan Penjelasan di atas maka tersirat secara eksplisit bahwa pengolahan minyak jarak untuk bahan pewangi (essen) masih jarang dilakukan. Padahal asam risinoleat sebagai komponen terbanyak mempunyai dua gugus hidroksil yang dapat dirobah sebagai ester (essen) sintetik. Ensen buah dan bunga alami adalah merupakan suatu ester dengan struktur bervariasi. Beberapa diantaranya adalah n-pentil asetat (pisang), oktil asetat (jeruk), etil butirrat (nenas), dan pentil butirrat (aprikot), hingga rasa buah-buahan segar sangat kompleks (Hart, 2003).

Dua gugus hidroksil ($-OH$) pada risinoleat adalah asam karboksilat dan gugus alkohol pada rantai samping ($-R$) yang dapat diesterkan menjadi tiga jenis metil ester sebagai berikut : (a) Gugus asamnya diesterkan dengan reaksi transesterifikasi Natrium metoksida. (b) Gugus alkoholnya diesterifikasi dengan anhidrida asetat dan (c) Kedua gugus hidroksil tersebut diesterkan secara berturutan. Diperkirakan sintesis berlangsung dengan rendemen cukup besar dan esterifikasi a dan b tidak saling mengganggu. Esterifikasi juga tidak akan merusak gugus alkena ($C=C$) karena selama proses esterifikasi tidak perlu menggunakan asam (H^+) sebagai katalis yang dapat merusak ikatan rangkap (alkena) melalui reaksi oksidasi. Hal tersebut di atas sekaligus adalah merupakan keunggulan proses sintesis ester ini karena senyawa pengasilasi mempunyai reaktifitas yang relatif tinggi.

Ester asam risinoleat sangat luas penggunaannya dalam industri makanan yaitu akan menebarkan aroma yang enak pada produk makanan (Jayant 2003).

Diperkirakan karena semua ester masih mengandung alkena maka ester tersebut akan dapat berfungsi sebagai antioksidan alami dan diharapkan akan setara dengan antioksidan alami yang dewasa ini luas digunakan yaitu α -tokoferol (Vitamin D). Ketiga ester yang akan disintesis mempunyai struktur yang berbeda (bervariasi) maka diharapkan juga akan mempunyai aroma yang spesifik, hingga diperkirakan akan dapat digunakan sebagai bahan pewangi nabati pada pembuatan sabun, parfum selain untuk pewangi bahan makanan.

Minyak jarak yang digunakan dalam penelitian ini adalah yang diperdagangkan. Sebelum digunakan untuk sintesis ester maka terlebih dahulu diukur dua parameter kimia penting yaitu kadar asam lemak bebas (ALB/FFA) dan bilangan Iodium. Berdasarkan ketentuan SNI kadar ALB/FFA adalah $< 2\%$, sedangkan bilangan Iodium cukup rendah komponen kimia utamanya adalah asam risinoleat dengan satu ketidak jenuhan. Disamping itu komposisi asam lemak penyusunnya juga ditentukan karena hal ini berkaitan dengan dua parameter kimia di atas. Kadar ALB/FFA ditentukan dengan cara titrasi (volumetri), sedangkan komposisi asam lemak penyusun ditentukan dengan alat spektroskopi GC yang dibandingkan dengan spektra GC-MS standar.

I.2. Perumusan Masalah

Sebagai arahan pada penelitian ini maka yang menjadi rumusan masalah adalah sebagai berikut :

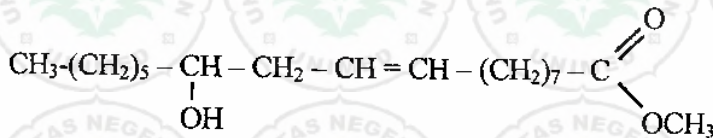
1. Berapa kadar asam lemak bebas (ALB/FFA) dan bilangan Iodium minyak jarak perdagangan.
2. Bagaimana komposisi asam lemak penyusun minyak jarak perdagangan.
3. Berapa kadar dan konversi tiga jenis ester yang dihasilkan.

Asam risinoleat adalah kelompok asam lemak tidak jenuh dengan satu ikatan rangkap (C₉) dan jumlah karbon delapan belas (C₁₈).

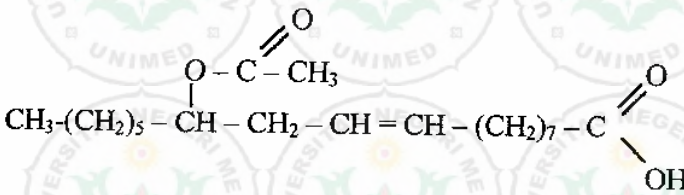
Dalam minyak jarak, risinoleat terdapat sebagai trigliserida (lemak), yang mempunyai tiga macam gugus fungsional yaitu : ester dari gliserol, alkena dan hidroksil (alkohol). Dengan demikian konversi minyak jarak menjadi bahan baku dan bahan setengah jadi untuk industri didasarkan pada transformasi ketiga gugus fungsionalnya, baik tunggal maupun simultan dan beturutan, yang didasarkan pada teori organik sintesis (Warren, 1994).

Dalam penelitian ini akan dilakukan konversi terhadap gugus hidroksil asam risinoleat dan rantai samping (- R), secara sendiri-sendiri dan simultan hingga akan diperoleh tiga jenis ester yang berbeda. Tiga ester yang disintesa pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

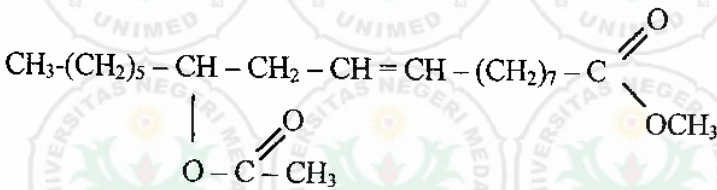
1) Metil Ester Risinoleat.



2) 12 -asetiloksi Oktadekana - 9 - enoat ester



3) 12 -asetiloksi - Oktadekana - 9 - enoat metil ester (diester)



Karena strukturnya berbeda maka aroma esternya pun diharapkan akan berbeda (bervariasi). Lebih jauh lagi akan sangat banyak variasi ester yang dapat disintesa dengan cara memvariasi gugus metil ($-\text{CH}_3$) dan asetil ($\text{CH}_3-\text{C}(=\text{O})$) dari esternya.

Senyawa ester risinoleat sangat luas penggunaannya dalam industri makanan sebagai pemberi aroma dan penambah cita rasa (Jayant 2003). Karena esternya masih mengandung alkena maka diperkirakan esternya juga sekaligus dapat berfungsi sebagai antioksidan alami dan diharapkan fungsinya setara dengan antioksidan alami yang selama ini digunakan yaitu α -tokoferol (Vitamin E). Di samping itu diharapkan ester yang disintesis dapat juga digunakan sebagai bahan pewangi untuk industri sabun dan parfum.

Metil ester risinoleat (ester 1) dibuat dengan menggunakan Natrium Metoksida ($\text{Na}^+ \text{OCH}_3^-$). Dalam hal ini tidak digunakan KOH/metanol untuk mencegah terjadinya reaksi penyabunan (safonifikasi) (Parlan, 1997). Selanjutnya ester (1) dirobah menjadi ester ester (3) dengan cara asetilasi dan anhidrida asetat menggunakan katalis asam Lewis (AlCl_3). Pengasaman ester (1) yang dilanjutkan asetilasi dengan anhidrida asam asetat dengan katalis asam Lewis (AlCl_3) dihasilkan ester (2). Dalam hal ini tidak digunakan katalis asam sulfat (H^+) agar gugus alkena ($\text{C}=\text{C}$) dari asam risinoleat tidak rusak karena reaksi adisi dan oksidasi.

BAB III

TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

III.1. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Menentukan kadar asam lemak bebas (ALB/FFA) dan bilangan Iodium minyak jarak perdagangan.
2. Menentukan komposisi asam lemak penyusun minyak jarak.
3. Mensintesa tiga senyawa ester (essen sintetik) dari minyak jarak yaitu :
 - a. Metil ester risinoleat.
 - b. 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat ester.
 - c. 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat metil ester (diester)

III.2. Manfaat Penelitian

Tanaman jarak sebagai penghasil minyak jarak relatif mudah dibudidayakan. Pengambilan minyaknya pun relatif mudah dengan peralatan sederhana. Namun di pihak lain harga minyak jarak di pasaran relatif murah. Dengan demikian hasil salah satu olahan minyak bahan pewangi (essen) sintetik diharapkan akan berkontribusi menaikkan nilai ekonomis minyak jarak dan memberdayakan minyak jarak sebagaimana sumber devisa yang potensial.

BAB IV

METODE PENELITIAN

IV.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian bersifat eksperimental yang dilaksanakan di laboratorium kimia organik FMIPA UNIMED. Waktu penelitian seluruhnya adalah enam bulan, sedangkan penelitian laboratorium dilaksanakan selama dua bulan yaitu bulan Oktober – November 2005.

IV.2. Alat dan Bahan Penelitian

1. Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : berbagai alat gelas, labu ekstraksi, alat refluks dan alat GC.

2. Bahan Kimia

Bahan kimia habis pakai yang digunakan dalam penelitian ini adalah : minyak jarak, metanol, logam Natrium, Natrium Hidroksida, Na_2SO_4 anhidrus, asam Lewis AlCl_3 , anhidrida asam asetat, Kalium Hidrogen Ptalat (KHP), Kalium Iodida (KI), Kalium Iodat (KIO_3), Karbon tetraklorida (CCl_4), larutan Wijs, 2,7-diklorofluorisens, Natrium Karbonat (Na_2CO_3), indikator pp, pH universal dan kertas saring.

IV.3. Jalannya Penelitian

1. Pembuatan larutan standar.

a. Larutan NaOH, 0,1 N

Ditimbang 0,3999 gr NaOH kemudian dilarutkan dalam 100 ml air dalam labu takar. Selanjutnya distandarisasi dengan KHP dengan 3 kali pengulangan.

$$N \text{ NaOH} = \frac{\text{gr KHP}}{0,2042 \times \text{ml NaOH}}$$

b. Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N

Ditimbang seberat 15,8 gr $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan dimasukkan dalam labu takar 1000 ml, lalu ditambahkan akuades hingga batas. Selanjutnya dilakukan standarisasi dengan cara menimbang $\pm 0,01$ gr KIO_3 yang dilarutkan dalam 50 ml akuades, selanjutnya dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang telah dibuat hingga warna kuning muda. Selanjutnya ditetesi indikator pati 2 %, titrasi dilanjutkan hingga warna kuning jernih. Pengulangan dilakukan 3 kali.

$$N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{\text{gr KIO}_3}{0,03567 \times \text{ml Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$$

2. Penentuan kadar asam lemak bebas/ALB.

Sebanyak 5 g minyak jarak diberi 50 ml etanol dan 2 tetes indikator pp. Selanjutnya dititrasi dengan NaOH 0,1 N hasil standarisasi hingga muncul warna merah jambu sangat muda. Pengulangan dilakukan sebanyak 3 kali. Kadar asam lemak bebas (ALB/FFA) dihitung dengan persamaan.

$$\text{ALB/FFA} = \frac{\text{ml NaOH} \times N \text{ NaOH} \times \text{BM asam risinoleat}}{\text{Berat Minyak} \times 1000} \times 100 \%$$

3. Penetapan Bilangan Iodium (Metode Wijs)

Sebanyak 0,5 gr minyak jarak dimasukkan dalam erlemeyer, ditambah 10 ml kloroform dan 25 ml pereaksi Wijs. Dibiarkan selama 30 menit dalam ruang gelap sambil dikocok, kemudian ditambah KI 10 % dan dikocok. Ditambah 10 ml air dan dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N hasil standarisasi, hingga warna kuning pucat dan ditambah beberapa tetes larutan kanji 2 %. Titrasi dilanjutkan hingga warna biru hilang. Pengulangan dilakukan sebanyak 3 kali, dan untuk koreksi dilakukan juga titrasi terhadap blanko (tanpa minyak jarak). Bilangan Iodium dihitung dengan persamaan.

$$\text{Bil Iodium} = \frac{(\text{ml titrasi Blanko} - \text{ml titrasi Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 12,70}{\text{Berat contoh minyak}}$$

4. Pembuatan Tiga Senyawa Ester dari Minyak Jarak.

a. Metil Ester Risinoleat

Dalam labu alas bulat (refluks) dibuat larutan basa Na-metoksida dengan cara memasukkan 25 ml metanol dalam labu. Selanjutnya ditambah potongan logam Na hingga tidak terbentuk lagi gelembung. Selanjutnya Na-metoksida dicampur dengan 50 ml minyak jarak, dihubungkan dengan pendingin bolak balik, pengaduk magnet dan magnet stirer. Refluks dalam suhu kamar dilakukan selama 24 jam. Setelah refluks dilakukan pencucian Natrium metoksida dengan akuades hingga netral dan hasil dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrus. Hasil dibagi tiga dimana yang dua untuk sintesa ester yang kedua dan tiga. Hasil pertama adalah metil ester risinoleat sekaligus untuk analisis yang dibandingkan dengan kromatogram GC-MS standar komposisi asam lemak penyusun minyak jarak.

b. Sintesa 12 – asetiloksi oktadekana – 9 – enoat ester (Ester Asam Risinoleat)

Satu bagian dari prosedur (4.a) diasamkan dengan HCl pekat hingga pH 3 – 4 yang dicek dengan indikator pH universal. Selanjutnya ditambah anhidrida asam asetat sebanyak 2 kali volume dan satu gram katalis AlCl_3 . campuran dipindahkan ke alat refluks yang dilengkapi dengan pengaduk dan magnet stirer. Refluks pada titik didihnya dilakukan selama 5 jam. Setelah refluks, dipindahkan dalam corong pisah 250 ml dan sisa anhidrida dan katalis dinetralkan dengan Na_2CO_3 jenuh yang dicek dengan indikator pH universal. Hasil dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrus dan dianalisis dengan GC.

c. Sintesa 12 – asetiloksi oktadekana – 9 – enoat metil ester (Diester risinoleat)

Bagian yang ketiga dari prosedur (4.a) ditambah anhidrida asam asetat sebanyak 2 kali volume dan satu gram katalis AlCl_3 . Refluks dilakukan selama 5 jam pada titik didih cairan. Setelah selesai refluks cairan dipindahkan dalam labu ekstraksi 250 ml. Sisa anhidrida asam asetat dan katalis dinetralkan dengan Na_2CO_3 jenuh yang dicek dengan indikator pH universal. Hasil dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrus dan dilakukan analisis dengan GC.

BAB V

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

V.1. Karakterisasi Minyak Jarak

Dua parameter yang cukup penting yang diukur dalam penelitian ini adalah kadar asam lemak bebas (ALB) atau "Free Fatty Acid" (FFA) dan bilangan Iodium. Kadar asam lemak bebas (ALB/FFA) minyak jarak menurut baku mutu Standar Nasional Industri (SNI) adalah maksimum 2 %, sedangkan Bilangan Iodium merupakan ukuran ketidakhajuan. Komponen utama minyak jarak adalah asam risinoleat dengan satu ketidakhajuan, sehingga Bilangan Iodium minyak jarak relatif rendah. Dua parameter yang diukur dijelaskan sebagai berikut :

1. Kadar Asam Lemak Bebas (ALB/FFA)

Kadar ALB/FFA ditentukan dengan metode titrasi alkalimetri dengan larutan standar NaOH 0,1 N. Larutan NaOH adalah merupakan standar sekunder, sehingga sebelum digunakan terlebih dahulu distandarisasi dengan larutan standar primer Kalium Hidrogen Ptalat (KHP). Dari hasil standarisasi diperoleh bahwa NaOH adalah 0,996 N (faktor normalitas 0,996) dengan perhitungan pada lampiran 1.a.

Selanjutnya NaOH hasil standarisasi digunakan untuk penetapan kadar ALB/FFA minyak jarak yang hasilnya disajikan pada tabel 5.1 berikut ini. (perhitungan pada lampiran 2a.)

Tabel 5.1 : Kadar Asam Lemak Bebas (ALB/FFA) Minyak Jarak

Ulangan	Berat Minyak Jarak (g)	ml NaOH	Kadar ALB/FFA (%)
1	5,0120	1,70	1,0083
2	5,0042	1,60	0,9489
3	5,0125	1,80	1,0658
Rata-rata			1,0076

Berdasarkan tabel 5.1 di atas maka kadar ALB/FFA minyak jarak adalah 1,0076 %, memenuhi baku mutu SNI yaitu maksimum 2 %

Kadar ALB/FFA merupakan ukuran kualitatif kecenderungan suatu minyak mengalami kerusakan melalui proses oksidasi ikatan rangkap ($\text{C} = \text{C}$) atau yang dikenal dengan ketengikan. Bila kadar ALB/FFA makin besar maka oksidasi makin cenderung teroksidasi, karena asam lemak bebas lebih mudah teroksidasi dibanding trigliseridanya.

2. Bilangan Iodium

Bilangan Iodium juga ditentukan dengan cara titrasi Iodo/Iodometri dengan larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (Natrium tiosulfat). Sebelum digunakan larutan tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) terlebih dahulu distandarisasi dengan KIO_3/KI . Hasil standarisasi diperoleh $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1013 atau faktor normalitas adalah 1,013 (perhitungan pada lampiran 2b).

Selanjutnya $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hasil standarisasi digunakan untuk menetapkan Bilangan Iodium minyak jarak yang hasilnya disajikan pada tabel 5.2 berikut ini (perhitungan pada lampiran 2b).

Tabel 5.2 : Bilangan Iodium Minyak Jarak

Ulangan	Berat Minyak Jarak (g)	ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0,5186	17,0	13,1480
2	0,5056	17,2	12,9770
3	0,5200	16,7	13,8547
4	Blanko	22,3	-
Rata-rata			13,3265

Berdasarkan tabel 5.2 di atas maka bilangan Iodium adalah 13,3265. Bilangan Iodium relatif rendah karena komponen utama minyak jarak adalah asam risinoleat dengan satu ketidakjenuhan.

V.2. Komposisi Asam Lemak Minyak Jarak

Komposisi asam lemak penyusun minyak jarak ditentukan dengan alat Kromatografi Gas (KG). Selanjutnya kromatogram hasil analisis dibandingkan dengan kromatogram GC-MS standar pada lampiran 3. Agar sampel cocok dianalisis dengan GC maka minyak jarak harus diderivatisasi dengan cara transesterifikasi

dengan Na-metoksida sehingga diperoleh metil ester asam lemak yang bertitik didih lebih rendah dibanding gliseridanya.

Alat Kromatografi Gas yang digunakan adalah merek Varian dengan kondisi sebagai berikut :

Detektor	: FID
Kolom	: Carbowax (kapiler 15 m)
Gas Pembawa	: N ₂ (laju 40 ml/menit)
Suhu injektor	: 280 °C
Suhu kolom	: 50 – 250 °C, kenaikan 9 °C/menit
Gas pembakar	: H ₂ dan O ₂
Volume cuplikan	: 1 µL

Kromatogram hasil analisis dengan GC adalah pada lampiran 4. dengan membandingkan hasil dengan kromatogram GC-MS pada lampiran 3 (kondisi alat analog) maka diperoleh komposisi asam lemak penyusun minyak jarak seperti tabel 5.3 dibawah ini.

Tabel 5.3 : Komposisi Asam Lemak Penyusun Minyak Jarak

Puncak	Waktu retensi (tr) (menit)	Kadar (%)	Komponen Asam Lemak
1	16,700	1,8994	asam palmitat
2	18,200	10,6714	asam linoleat
3	18,506	1,9801	asam metil -11- oktadekanoat
4	19,816	7,7507	asam stearat
5	20,533	73,9730	asam risinoleat

Berdasarkan tabel 5.3 di atas maka komponen utama minyak jarak adalah asam risinoleat yaitu sebesar 73,9730 %. Asam risinoleat juga merupakan komponen yang titik didih cukup tinggi karena polaritas ikatan hidrogen dari dua gugus hidroksil (– OH) yang dimilikinya. Bila dibandingkan dengan hasil penelitian Jayant 2003 dan Marlina dkk 2004 maka berdasarkan kadar asam risinoleat mutu minyak jarak cukup baik.

Menurut Jayant asam risinoleat minyak jarak dapat mencapai 89,5 %. Sedangkan menurut Marlina dkk kadar asam risinoleat minyak jarak Aceh adalah 87 %.

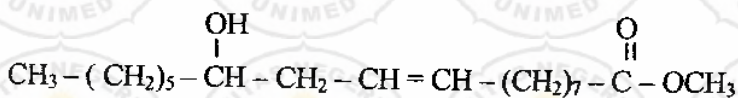
Dari kromatogram juga diperoleh suatu komponen asam lemak sesudah asam risinoleat dengan kadar yang rendah yaitu 0,7210 % ($t_r = 26,733$ menit). Bila dibandingkan dengan hasil penelitian Marlina dkk 2004 maka diduga komponen ini adalah dihidroksi asam linoleat. Selanjutnya minyak jarak ini digunakan sebagai bahan baku sintesa tiga senyawa ester yang hasilnya dipaparkan pada pembahasan berikut ini.

V.3. Pembuatan Tiga Senyawa Ester Dari Minyak Jarak

Seperti yang telah dijelaskan minyak jarak yang digunakan adalah yang telah dikarakterisasi asam lemak bebas (ALB/FFA) dan Bilangan Iodiumnya serta telah ditentukan komposisi asam lemaknya. Hasil tiga jenis senyawa ester tersebut adalah sebagai berikut :

1. Metil Ester Risinoleat

Struktur kimia dari metil ester risinoleat adalah sebagai berikut.



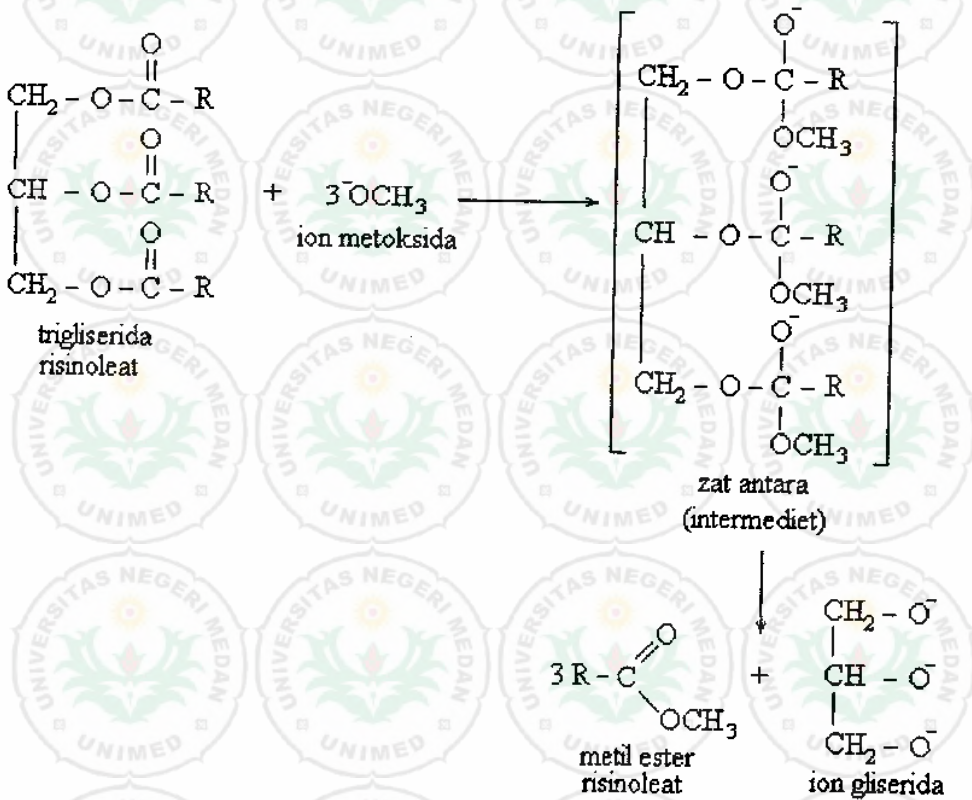
Minyak jarak diesterkan dengan Na-metoksida dengan cara merefluksnya pada suhu kamar selama 24 jam sambil diaduk dengan magnet stirer. Refluks tidak dilakukan dengan KOH atau NaOH metanolik untuk mencegah terjadinya sabun (safonifikasi) (Parlan, 1997). Basa Na-metoksida dibuat dengan cara mereaksikan metanol dengan logam Na yang mengikuti persamaan reaksi berikut.



Reaksi telah sempurna bila tidak terbentuk lagi gelembung gas (H_2) dan penambahan logam Na dihentikan. Refluks dilakukan pada suhu kamar karena ion metoksida (CH_3O^-) adalah merupakan neukleofil kuat yang sangat reaktif terhadap gugus karbonil gliserida. Disamping itu juga mencegah terjadinya dehidrasi gugus alkohol rantai samping (R), karena metoksida juga merupakan suatu basa kuat. Dengan

perkataan lain untuk mencegah reaksi eliminasi yang akan terjadi bila suhu refluks tinggi.

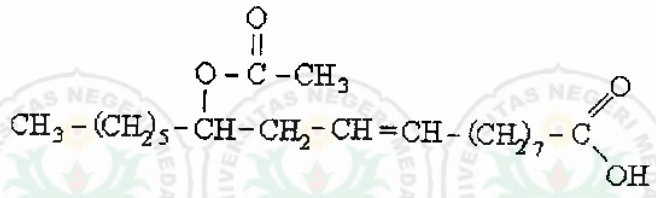
Kromatogram metil ester yang dihasilkan adalah pada lampiran 4 dengan konversi 100 % dan kadar metil ester risinoleat sebesar 73,9730 % dengan waktu retensi $t_r = 20,533$ menit. Keseluruhan reaksi adalah transesterifikasi dengan mekanisme reaksi umum sebagai berikut.



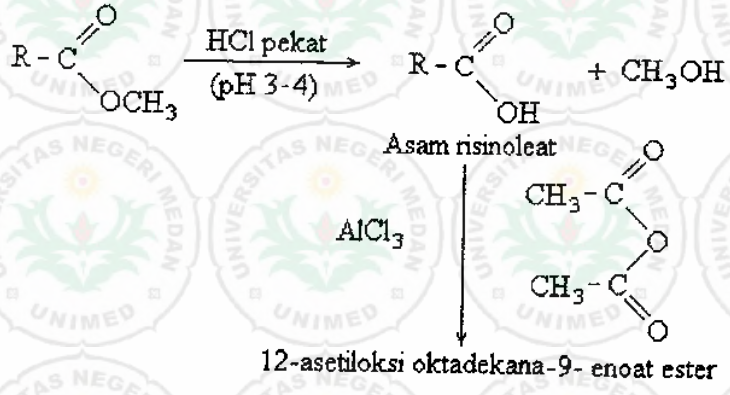
Metil ester risinoleat merupakan fasa organik, sedangkan sisa metoksida dan gliserida diekstrak sebagai fasa air hingga netral yang diuji dengan pH universal. Hasil dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrus berupa cairan berwarna kuning jernih dengan aroma khas ester. Ester kemudian dibagi tiga dimana dua bagian ester adalah untuk sintesis dua ester berikutnya.

2. Senyawa 12 – asetiloksi oktadekana – 9 – enoat ester (Ester Asam Risinoleat)

Struktur kimia dari ester ini adalah sebagai berikut.



Ester ini dibuat dengan terlebih dahulu mengasamkan satu bagian (bagian 2) metil ester dengan HCl pekat pada pH 3 – 4 atau hingga terbentuk asam risinoleat. Selanjutnya asam risinoleat diesterkan dengan anhidrida asam asetat menggunakan katalis AlCl₃ yang persamaan umum reaksinya adalah sebagai berikut.



Dalam hal ini gugus yang diasetilasi oleh anhidrida asam asetat adalah gugus hidroksil (– OH) dari gugus samping (– R) asam risinoleat. Pada reaksi ini tidak digunakan katalis H₂SO₄ seperti reaksi esterifikasi pada umumnya untuk mencegah terjadinya produk oksidasi ikatan rangkap atau produk adisi. Fungsi AlCl₃ adalah lebih mengaktifkan gugus karbonil anhidrida asetat terhadap serangan nukleofil (gugus – OH), atau dengan perkataan lain menurunkan energi aktivasi (E_a) reaksi. Refluks dilakukan selama 5 jam yang diacu pada esterifikasi umum selama 2 jam pada titik didih campurannya.

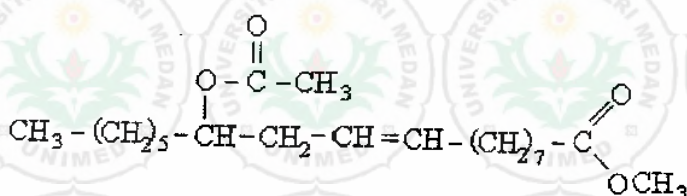
Hasil selanjutnya dinetralkan dengan Na₂CO₃ jenuh yang diuji dengan pH universal. Hasil berupa fasa organik kemudian dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrus dan kromatogramnya adalah pada lampiran 5. Berdasarkan data kromatogram maka masih terdapat sisa asam risinoleat sebesar 23,3328 % dengan waktu retensi tr =

20,600 menit. Ester asam risinoleat adalah 58,2830 % dengan waktu retensi $t_r = 20,200$ menit. Waktu retensi asam risinoleat lebih tinggi karena memiliki dua gugus hidroksil ($-OH$) yang dapat membentuk ikatan hidrogen meski relatif lemah, sehingga akan lebih lama terelusi dari kolom yang polar (Carlbawax).

Hasil konversinya adalah $(58,2830/73,9730) \times 100\%$ atau sebesar 78,7895 %. Hasil konversi relatif kurang maksimal diperkirakan karena besarnya halangan ruang (Efek sterik) dari gugus ($-OH$) dari nukleofil yang merupakan suatu alkohol sekunder. Halangan ruang adalah salah satu faktor yang mempengaruhi reaktivitas molekul organik, dimana bila halangan ruang makin besar maka reaktivitas makin rendah. Disamping itu juga mungkin karena kurang lamanya waktu refluks. Maka perlu dicoba peneliti berikut untuk mempelajari pengaruh waktu refluks dengan besarnya persen konversi atau juga perlu dicoba pengasilasi yang lebih reaktif seperti asetil halida misalkan asetil klorida. Hasil juga berupa cairan berwarna kuning jernih dengan aroma khas ester.

3. Senyawa 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat metil ester (Diester risinoleat)

Struktur 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat metil ester (diester risinoleat) adalah sebagai berikut.



Ester ini dibuat dengan cara mengesterkan metil ester risinoleat bagian 3 dengan anhidrida asam asetat terkatalisis AlCl_3 . Kondisi refluks analog dengan sintesa ester asam risinoleat. Fungsi AlCl_3 dan penjelasan yang lain juga analog dengan yang telah dikemukakan di depan.

Kromatogram diester yang dihasilkan adalah pada lampiran 5. Berdasarkan data kromatogram masih terdapat sisa metil ester risinoleat 26,0233 % ($t_r = 20,000$ menit). Sedangkan hasil diester adalah 55,2579 % ($t_r = 20,176$ menit). Diester risinoleat mempunyai titik didih yang lebih tinggi dibanding metil ester risinoleat

karena BM lebih tinggi sehingga terelusi lebih lama dari kolom. Walaupun metil risinoleat masih mengandung gugus (- OH) pada gugus samping (- R), tetapi karena kedua terikat pada rantai hidrokarbon (hidrofil) yang relatif panjang maka pengaruh ikatan hidrogen sangat kecil. Dengan demikian BM lebih berperan dalam menentukan besarnya titik didih.

Besar konversi adalah $(55,2579/73,9730) \times 100 \%$ atau sebesar 74,7001 %. Tidak maksimalnya konversi juga disebabkan besarnya halangan ruang (Efek Sterik). Konversi diester risinoleat lebih kecil (78,7895 – 74,7001) atau sebesar 4,0894 %. Hal ini karena halangan ruang pada sintesa diester risinoleat lebih besar yaitu sebesar gugus metil (- CH₃). Karena perbedaan halangan ruang tidak terlalu besar maka perbedaan konversipun tidak terlalu signifikan. Hasil juga berupa cairan kuning dengan aroma khas ester.



BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

VI.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dikemukakan beberapa kesimpulan sebagai berikut.

1. Kadar asam lemak bebas ALB/FFA minyak jarak perdagangan digunakan adalah 1,0076 % dan Bilangan Iodiumnya adalah 13,3265 mg/g.
2. Komposisi asam lemak minyak jarak dari kadar yang lebih tinggi adalah : asam risinoleat 73,9730 %, asam linoleat 10,6714 %, asam stearat 7,7507 %, asam metil 11-oktadekanoat 1,9801 % dan dihidroksi asam linoleat 0,7210 %.
3. Mutu minyak jarak berdasarkan kriteria SNI untuk parameter kadar ALB/FFA, Bilangan Iodium dan kadar asam risinoleat adalah cukup baik.
4. Konversi metil ester risinoleat adalah 100 % (kadar 73,9730 %), metil ester asam risinoleat 79,3618 % (kadar 58,2830 %) dan diester risinoleat 75,2476 % (kadar 55,2579 %).
5. Konversi diester risinoleat lebih rendah sebesar 4,0894 % dibanding metil ester asam risinoleat karena lebih sterik sebesar gugus metil ($-CH_3$).
6. Ketiga ester berbentuk cairan berwarna kuning jernih dan menebarkan aroma khas ester (essen).

VI.2. Saran

Untuk lebih menyempurnakan hasil penelitian ini atau untuk mendapatkan hasil yang optimal maka untuk penelitian lanjut disarankan hal-hal berikut :

1. Perlu dilakukan optimalisasi pengaruh waktu refluks dengan konversi hasil khususnya untuk sintesis ester asam risinoleat dan diester risinoleat.
2. Perlu dilakukan esterifikasi dengan zat pengasilasi yang lebih reaktif seperti asetil klorida.
3. Untuk mendapatkan ester yang lebih khas aromanya perlu dilakukan pemurnian dengan cara distilasi fraksinasi pengurangan tekanan.
4. Untuk mendapatkan hasil ester dengan aroma yang bervariasi maka perlu dilakukan pembuatan ester dengan variasi reagen pengasilasi yaitu dengan variasi panjang rantai (R).

DAFTAR PUSTAKA

- Brahmana H.R.; 1989; *Penentuan Komposisi Asam Lemak dari Bahan Alam dengan Cara Kromatografi Gas Terhadap Metil Ester Asam Lemak dari Minyak Nabati*, Lembaga Penelitian USU Medan.
- Furnis B.S, A.J. Hannaford, V. Rogers, P.W.G. Smith, and A.R. Tatchell; 1989; *Textbook of Practical Organic Chemistry*, Fourth Edition, English Language Book Society/Longman (ELBS) London.
- Ginting. M.D; 2004; *Sintesis Asam Risinoleat dari Minyak Jarak dengan Cara Interesterifikasi*, Skripsi Jurusan Kimia FMIPA UNIMED Medan.
- Harborne J. B; 1989; *Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan*, (Alih Bahasa : Kosasih Padmawinata dan Iwang Sudiro), Edisi II; Penerbit ITB Bandung.
- Ikan R; 1995; *Natural Product A Laboratory Guide*, Fifth Edition, Academic Press (AC) New York.
- Jayant 2003; *Word of Castor Oil*; <http://www.Indialog.Com/Jayant/Uses.Htm>
- Kaban S; 1994; *Pemanfaatan Oleat dan Linoleat yang Terdapat dalam Minyak Kelapa Sawit Sebagai Sumber Pembuatan Asam Azeleat*; Skripsi Jurusan Kimia FMIPA USU Medan.
- Marlina, N. M. Surdia, C. L. Radiman, dan S. Achmad; 2004; *Pengaruh Konsentrasi Oksidator pada Proses Hidroksilasi Minyak Jarak (Castor Oil) dengan atau Tanpa Proteksi Gugus Hidroksil*; Proc. ITB Sains & Tek. Vol 36 A No. 1 (h 33-43).
- Mursyidi A; 2004; *Peran Analisis Kimia Bagi Kehidupan Manusia*; Muhammadiyah University Press Surakarta.
- Parlan; 1997; *Isolasi Asam Risinoleat Dari Minyak Jarak (Castor Oil) Melalui Reaksi Transesrifikasi*; Jurnal MIPA Universitas Negeri Malang (h. 47-59); Malang.
- Standar Nasional Indonesia (SNI) ; 01 – 1904 – 1990; *Minyak Biji Jarak*; Dewan Standarisasi Nasional (DSN) Jakarta.
- Sutiani A, R. E. Dibyanti, R. N. Matondang; 2004; *Sintesis dan Karakterisasi Palastik Poliuretan yang Bersifat Biodegradeble dari Bahan Baku Minyak Jarak*; Laporan Penelitian Dosen Muda Lembaga Penelitian UNIMED Medan.
- Vignalo R and F Naughton; 1991; *Castor : A New Science of Direction Inform*; Vol. 2, No. 8 (p 692 – 698).
- Warren S; 1994; *Sintesis Organik Pendekatan Diskoneksi*, (Ahli Bahasa : Moch. Samhoedi Reksohidi Projo), UGM Press Yogyakarta.

Lampiran 2 : Kadar Asam Lemak Bebas (ALB/FFA) dan Bilangan Iodium Minyak Jarak.

a. Kadar Asam Lemak Bebas (ALB/FFA) Minyak Jarak

Ulangan	Berat Minyak Jarak (g)	ml NaOH	Kadar ALB/FFA (%)
1	5,0120	1,70	1,0083
2	5,0042	1,60	0,9489
3	5,0125	1,80	1,0658
Rata-rata			1,0076

Persamaan :

$$\text{ALB/FFA} = \frac{\text{ml NaOH} \times \text{N NaOH} \times \text{BM asam risinoleat}}{\text{Berat Minyak} \times 1000} \times 100 \%$$

b. Bilangan Iodium Minyak Jarak

Ulangan	Berat Minyak Jarak (g)	ml Na ₂ S ₂ O ₃	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0,5186	17,0	13,1480
2	0,5056	17,2	12,9770
3	0,5200	16,7	13,8547
4	Blanko	22,3	-
Rata-rata			13,3265

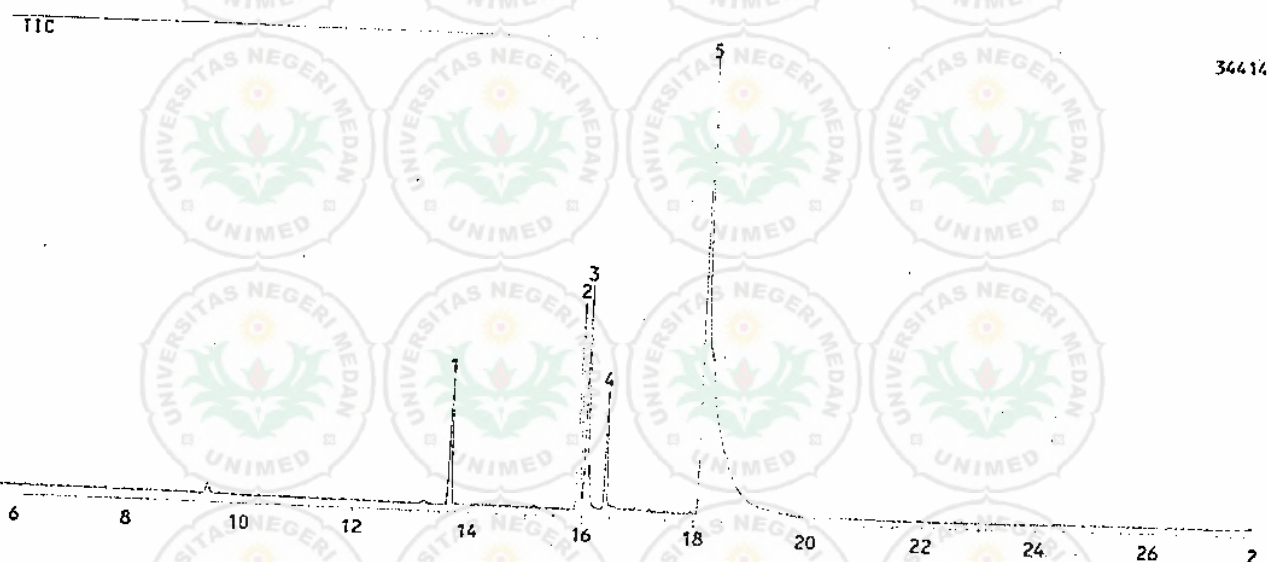
Persamaan :

$$\text{Bil Iodium} = \frac{(\text{ml titrasi Blanko} - \text{ml titrasi Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times \text{N Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 12,70}{\text{Berat contoh minyak}}$$

Lampiran 3 : Kromatogram dan Komposisi Asam Lemak Penyusun Minyak Jarak Standar

No. Puncak	Waktu retensi (menit)	BM (g/mol)	Kadar (%)	Komponen Asam Lemak
1	16,700	270	1,8994	asam palmitat
2	18,200	294	10,6714	asam linoleat
3	18,506	296	1,9801	asam metil -11-oktadekanoat
4	19,816	298	7,7507	asam stearat
5	20,533	312	73,9730	asam risinoleat

Kromatogram :



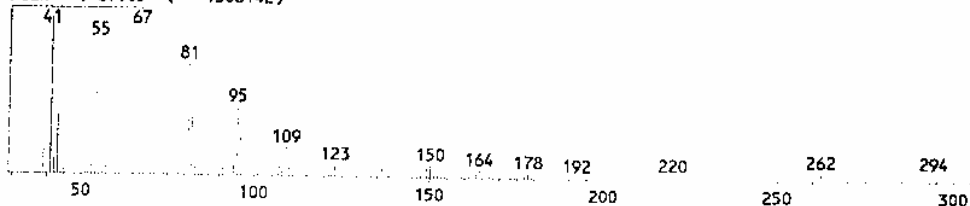
34414

**** Peak Report ****

PKNO	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Height	A/H(sec)	MK	%Total	Name
1	13.677	13.625	13.742	24872425	8798388	2.827		9.45	
2	15.944	15.867	16.008	49504182	14642645	3.381		18.81	
3	16.067	16.008	16.108	46409377	15841452	2.930	V	17.64	
4	16.419	16.108	16.467	23539753	8018315	2.936	V	8.95	
5	18.128	18.050	18.242	118825803	29093133	4.084		45.15	
Total				263151539				100.00	

*** CLASS-5000 *** Report No. = 1 Data : MATHINE.D03
 Sample : ASAM RICINOLEAT, MATHINE DYNIA GINTING
 Operator : poy
 Method File Name : MATHINE.MET

Mass Peak # : 117 Ret. Time : 15.950
 Scan # : 1675 B.G. Scan # : 1681
 Base Peak : 67.05 (1308142)



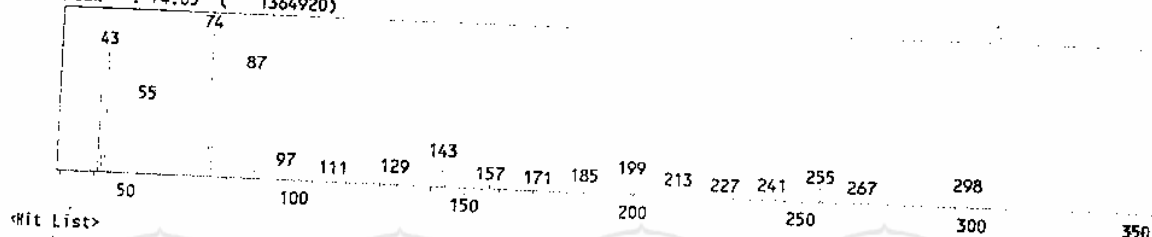
Hit List>

No	S1	Mol.Wgt.	Mol.Form./Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	95	294	C ₁₉ H ₃₄ O ₂ 9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E)-	2566-97-4	10376	1
2	95	294	C ₁₉ H ₃₄ O ₂ 9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E)- (CAS) Methyl Linolelaidate \$\$ METHYL	2566-97-4	141517	3
3	94	322	C ₂₁ H ₃₈ O ₂ 11,14-Eicosadienoic acid, methyl ester (CAS) METHYL-11,14-EICOSADIENOATE \$\$	2463-02-7	159499	3
4	94	294	C ₁₉ H ₃₄ O ₂ 9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E)-	2566-97-4	10375	1
5	93	322	C ₂₁ H ₃₈ O ₂ 11,14-Eicosadienoic acid, methyl ester	2463-02-7	45900	2

Library Name

(1) NIST12.LIB (2) NIST62.LIB (3) WILEY229.LIB

Mass Peak # : 73 Ret. Time : 16.425
 Scan # : 1732 B.G. Scan # : 1719
 Base Peak : 74.05 (1364920)

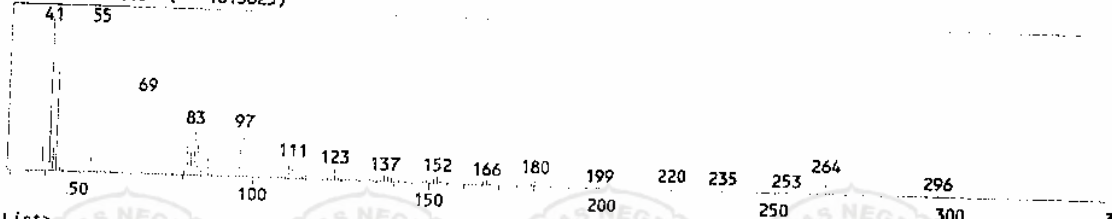


<Hit List>

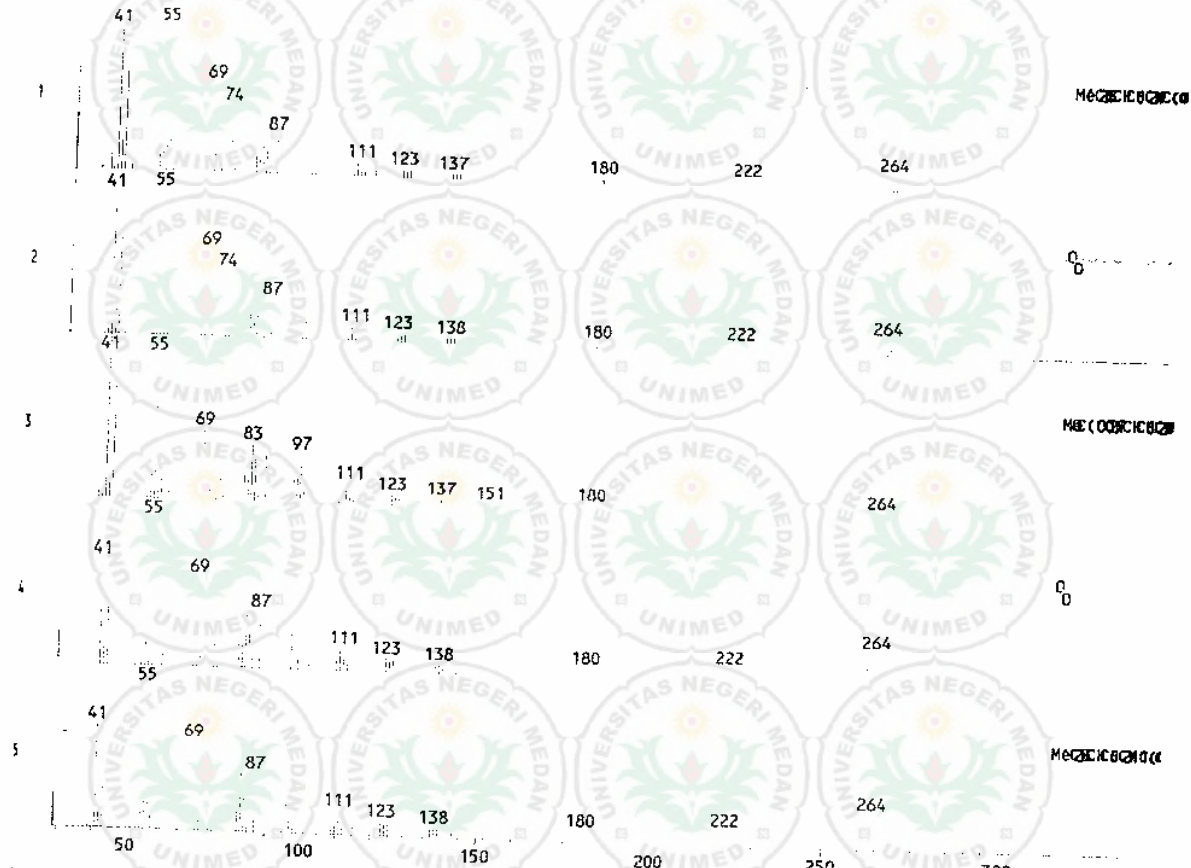
No	S1	Mol. Wgt.	Mol. Form./Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	95	298	C ₁₉ H ₃₈ O ₂ Octadecanoic acid, methyl ester (CAS)	112-61-8	144206	3
2	95	298	C ₁₉ H ₃₈ O ₂ Octadecanoic acid, methyl ester	112-61-8	10479	1
3	93	298	C ₁₉ H ₃₈ O ₂ Octadecanoic acid, methyl ester	112-61-8	10480	1
4	93	354	C ₂₃ H ₄₆ O ₂ Docosanoic acid, methyl ester (CAS)	929-77-1	176089	3
5	93	368	C ₂₄ H ₄₈ O ₂ Tricosanoic acid, methyl ester (CAS)	2433-97-8	182151	3

Library Name
 NIST12.LIB (2) NIST62.LIB (3) WILEY229.LIB

Mass Peak # : 115 Ret. Time : 16.067
 Scan # : 1689 B.G. Scan # : 1682
 Base Peak : 55.05 (1613625)



Hit List

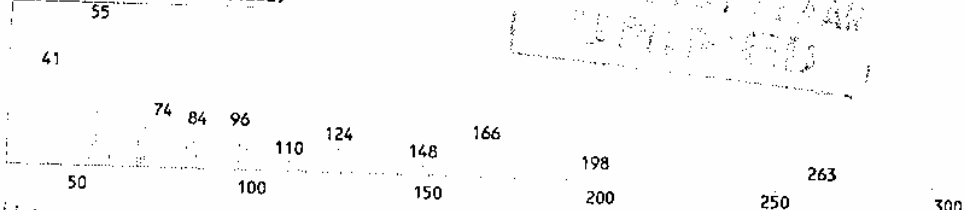


No	SI	Mol. Wgt.	Mol. Form./Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	95	296	C ₁₉ H ₃₆ O ₂ 11-Octadecenoic acid, methyl ester	52380-33-3	142908	3
2	94	296	C ₁₉ H ₃₆ O ₂ 11-Octadecenoic acid, methyl ester	52380-33-3	42139	2
3	94	296	C ₁₉ H ₃₆ O ₂ 9-Octadecenoic acid, methyl ester, (E)-	1937-62-8	142902	3
4	92	296	C ₁₉ H ₃₆ O ₂ 13-Octadecenoic acid, methyl ester	56554-47-3	42148	2
5	92	296	C ₁₉ H ₃₆ O ₂ 13-Octadecenoic acid, methyl ester	56554-47-3	142910	3

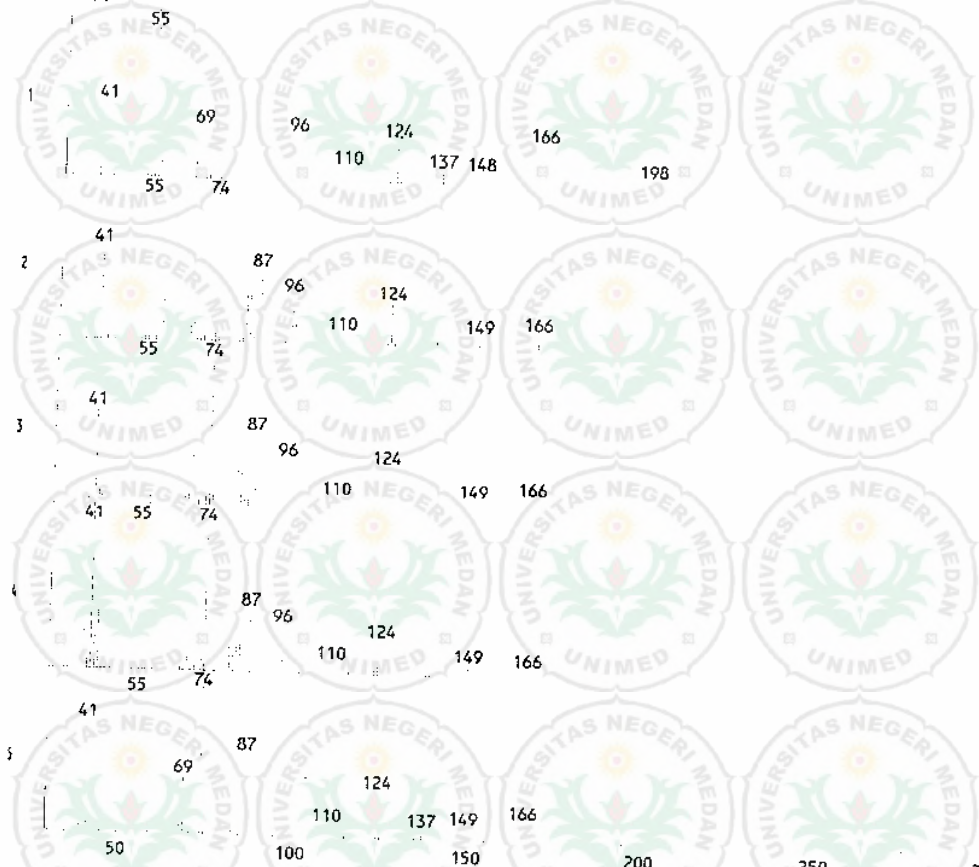
Library Name
 (1) NIST12.LIB (2) NIST62.LIB (3) WILEY229.LIB

Mass Peak # : 92 Ret. Time : 18.133
 Scan # : 1937 B.G. Scan # : 2330
 Base Peak : 55.05 (4401262)

UNIVERSITAS NEGERI MEDAN
 15 SEP 2010



#Hit List>



SI	Mol. Wgt.	Mol. Form./Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	95	C ₁₉ H ₃₆ O ₃ METHYL ESTER OF RICINOLEIC ACID	- -0	153220	3
2	88	C ₁₂ H ₂₂ O ₂ 10-Undecenoic acid, methyl ester	111-81-9	7386	1
3	88	C ₁₂ H ₂₂ O ₂ METHYL 10-UNDECENOATE	- -0	65918	3
4	87	C ₁₂ H ₂₂ O ₂ 10-Undecenoic acid, methyl ester	111-81-9	65694	3
5	87	C ₁₂ H ₂₂ O ₂ 10-Undecenoic acid, methyl ester	111-81-9	22425	2

Library Name
 (1) NIST12.LIB (2) NIST62.LIB (3) WILEY229.LIB



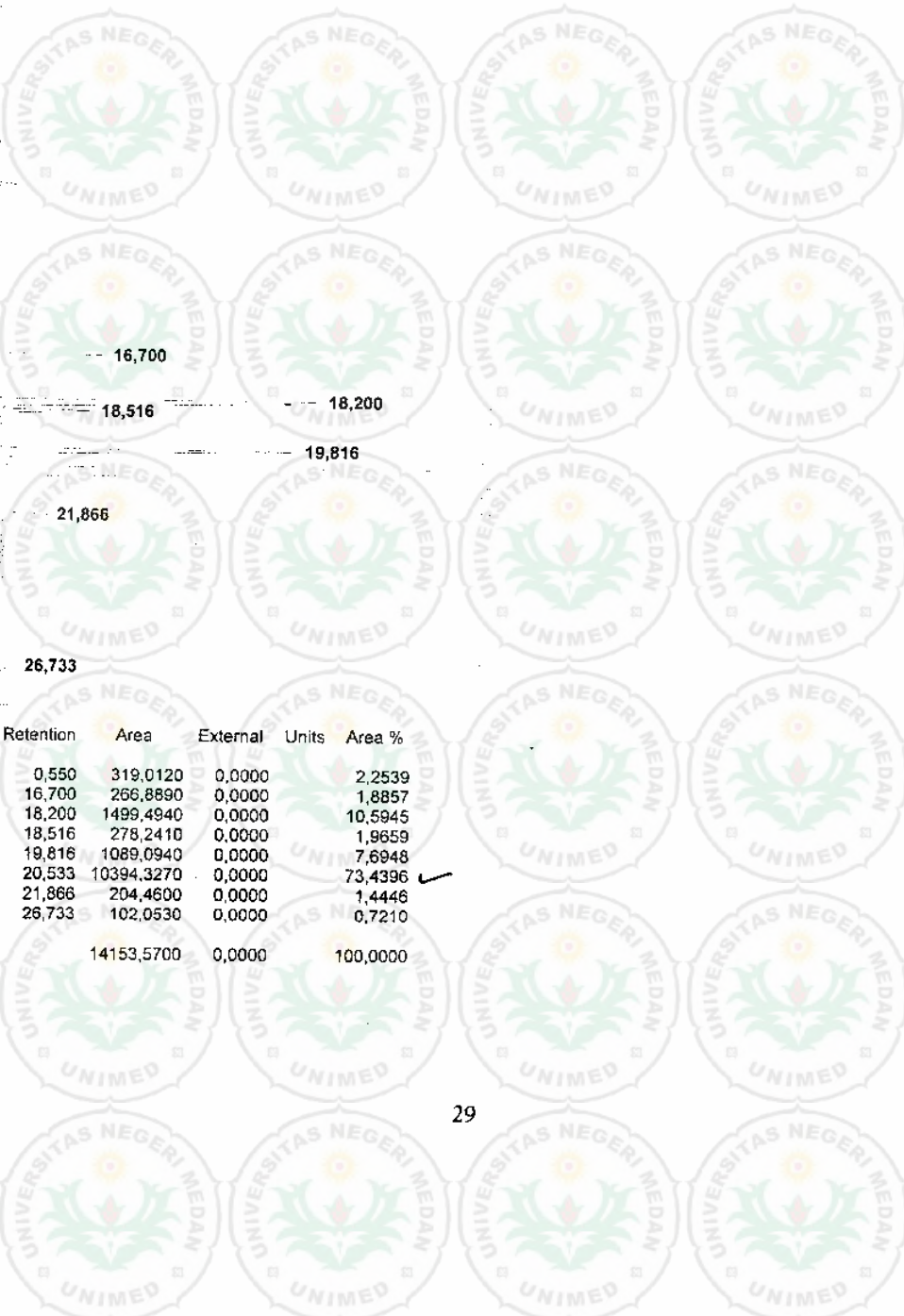
Lampiran. 4 : Kromatogram metil ester risinoleat hasil sintesis

-53,216

543.520

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27

0,550



20,533

Component	Retention	Area	External	Units	Area %
	0,550	319,0120	0,0000		2,2539
	16,700	266,8890	0,0000		1,8857
	18,200	1499,4940	0,0000		10,5945
	18,516	278,2410	0,0000		1,9659
	19,816	1089,0940	0,0000		7,6948
	20,533	10394,3270	0,0000		73,4396 ✓
	21,866	204,4600	0,0000		1,4446
	26,733	102,0530	0,0000		0,7210

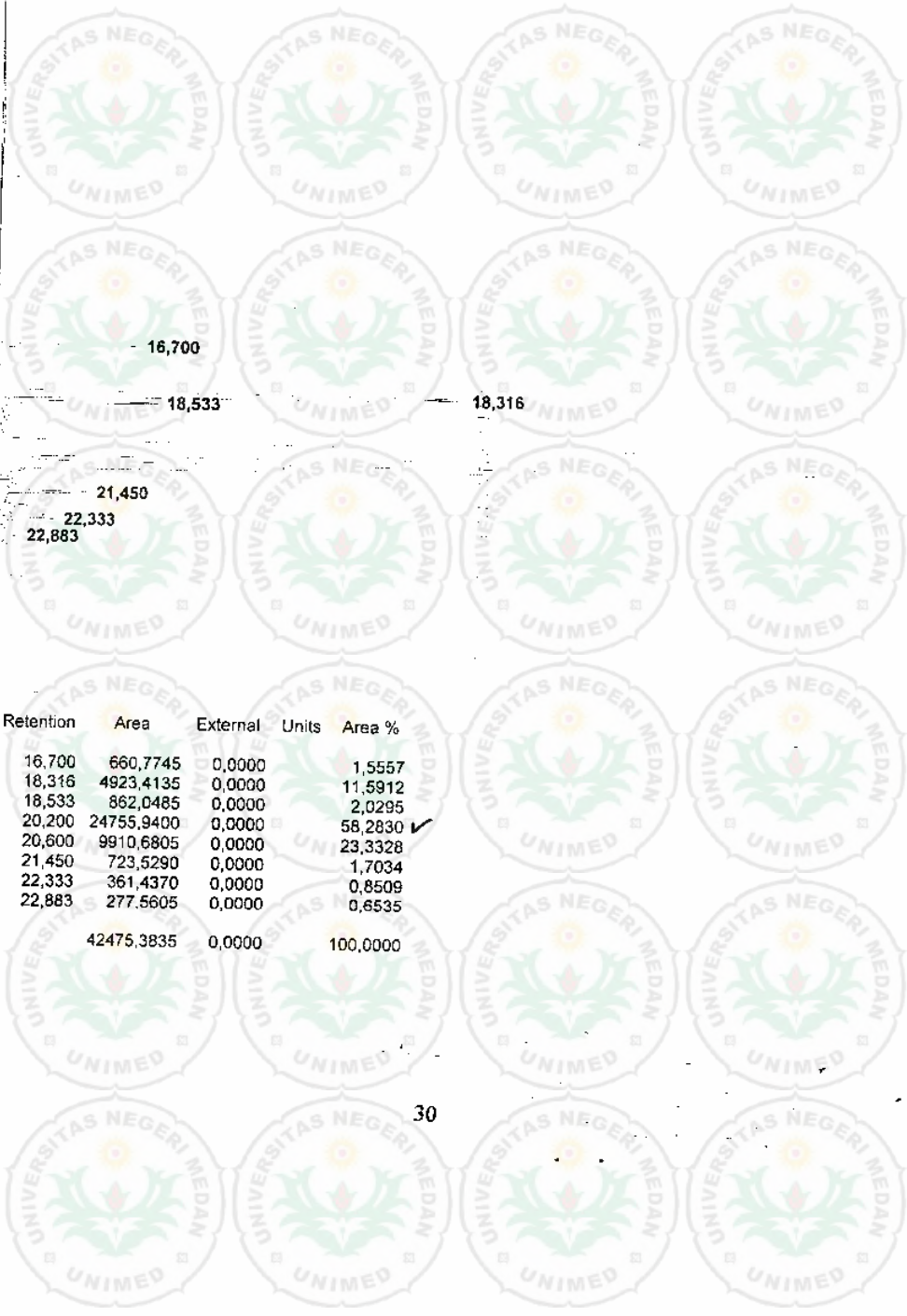
14153,5700 0,0000 100,0000

Lampiran. 5 : Kromatogram 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat ester
(Ester asam risinoleat) hasil sintesis

1087.040

-100,432

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27



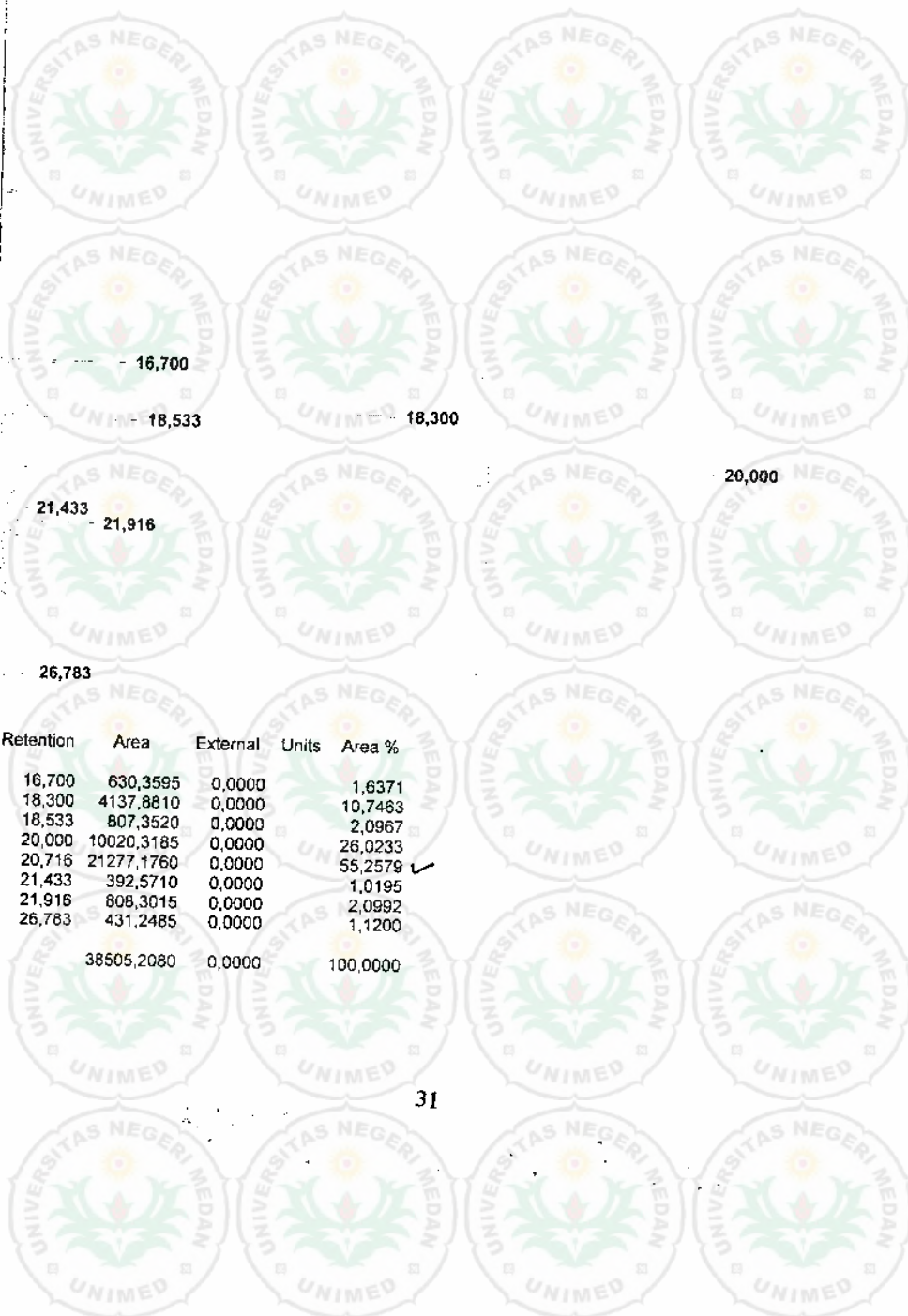
20,600
-20,600

Lampiran. 6 : Kromatogram 12-asetiloksi oktadekana-9-enoat metil ester (Diester risinoleat) hasil sintesis

-106,432

1087.040

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27



Component	Retention	Area	External	Units	Area %
	16,700	630,3595	0,0000		1,6371
	18,300	4137,8810	0,0000		10,7463
	18,533	807,3520	0,0000		2,0967
	20,000	10020,3185	0,0000		26,0233
	20,716	21277,1760	0,0000		55,2579 ✓
	21,433	392,5710	0,0000		1,0195
	21,916	808,3015	0,0000		2,0992
	26,783	431,2485	0,0000		1,1200
	38505,2080		0,0000		100,0000

Lampiran 7 : Personalia Peneliti

1. Ketua Peneliti

- a. Nama Lengkap dan Gelar : Drs. Marham Sitorus, M.Si
- b. Gol, Pangkat, NIP : III-d/Penata Tk. I/131864166
- c. Jabatan Fungsional : Lektor
- d. Jabatan Struktural : -
- e. Fakultas/Jurusan : MIPA / Kimia
- f. Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Medan (UNIMED)
- g. Bidang Keahlian : Kimia Organik
- h. Waktu untuk penelitian ini : 10 Jam/minggu

2. Anggota Peneliti I

- a. Nama Lengkap dan Gelar : Drs. Jamalum Purba, M.Si
- b. Gol, Pangkat, NIP : III-d/Penata Tk. I/131950151
- c. Jabatan Fungsional : Lektor
- d. Jabatan Struktural : Ketua Jurusan Kimia
- e. Fakultas/Jurusan : MIPA / Kimia
- f. Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Medan (UNIMED)
- g. Bidang Keahlian : Kimia Organik
- h. Waktu untuk penelitian ini : 5 Jam/minggu

3. Anggota Peneliti II

- a. Nama Lengkap dan Gelar : Drs. Asep Wahyu Nugraha, M.Si
- b. Gol, Pangkat, NIP : III-d/Penata Tk. I/131955394
- c. Jabatan Fungsional : Lektor
- d. Jabatan Struktural : Ketua Prodi Pendidikan Kimia
- e. Fakultas/Jurusan : MIPA / Kimia
- f. Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Medan (UNIMED)
- g. Bidang Keahlian : Kimia Fisika
- h. Waktu untuk penelitian ini : 5 Jam/minggu

4. Anggota Peneliti III

- a. Nama Lengkap dan Gelar : Agus Kembaren S.Si, M.Si
- b. Gol, Pangkat, NIP : III-d/Penata Tk. I/132095321
- c. Jabatan Fungsional : Lektor
- d. Jabatan Struktural : -
- e. Fakultas/Jurusan : MIPA / Kimia
- f. Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Medan (UNIMED)
- g. Bidang Keahlian : Kimia Analitik
- h. Waktu untuk penelitian ini : 5 Jam/minggu

5. Anggota Peneliti IV

- a. Nama Lengkap dan Gelar : Drs. Marudut Sinaga, M.Si
- b. Gol, Pangkat, NIP : III-c/Penata/132150446
- c. Jabatan Fungsional : Lektor
- d. Jabatan Struktural : Ketua Prodi Kimia
- e. Fakultas/Jurusan : MIPA / Kimia
- f. Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Medan (UNIMED)
- g. Bidang Keahlian : Kimia Analitik
- h. Waktu untuk penelitian ini : 5 Jam/minggu

Lampiran 8 : Curriculum Vitae Ketua Peneliti

CURICULUM VITAE

KETUA PENELITI

1. Biodata

Nama Lengkap : Drs. Marham Sitorus, M.Si
NIP : 131864166
Tempat/Tgl. Lahir : Tapanuli Utara, 1 Januari 1963
Jenis Kelamin : Laki-laki
Bidang Keahlian : Kimia Organik
Alamat Kantor : Jurusan Kimia FMIPA – UNIMED
Jl. Williem Iskandar Pasar V Medan 20221
Telp : 061 - 673365
Alamat Rumah : Jl. Sehati Gg. Sepakat No. 6 Medan 20234
Telp : 061 – 6623957

2. Riwayat Pendidikan

No	Perguruan Tinggi	Kota	Gelar/ Tahun Selesai	Bidang Studi
1	UGM	Yogyakarta	Drs / 1987	Kimia
2	UGM	Yogyakarta	M.Si / 1995	Kimia organik

3. Riwayat Pekerjaan

No	Tahun	Instansi	Pekerjaan
1	1989 – 2001	FKIP – UNPATTI Ambon	Dosen Program Studi Pendidikan Kimia
2	2001 – Sekarang	FMIPA – UNIMED Medan	Dosen Jurusan Kimia

4. Pengalaman Penelitian

No	Judul Penelitian	Tugas dalam Penelitian	Tahun
1	Potensi Tanaman Inggu (<i>Ruta angustifolia</i>) sebagai penghasil senyawa bioaktif secara HPLC dan GC	Anggota	Penelitian Dosen Muda 2002
2	Analisis Kesulitan Mahasiswa dalam Menyelesaikan Soal Spektroskopi pada Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNIMED	Ketua Peneliti	Dana SEMI QUE 2003
3	Isolasi Campuran Sitroneol dan Geraniol dari Minyak Sereh Jawa dan Penggunaannya Sebagai Bahan Dasar Parfum Tea Rose	Ketua Peneliti	Penelitian Dosen Muda 2003
4	Konversi Asam Risinoleat Dari Minyak Jarak (<i>Castor Oil</i>) Menjadi Asam Azeleat	Ketua Peneliti	Penelitian Dana SPP 2005

5. Publikasi

1. Karakteristik Lemak dan Analisis Komponen Asam Lemah Minyak Kacang Kedelai (*Glycine Max L.*). *Jurnal Pendidikan Science* Vol. 20 No. 3, September 2002 : 29-34, ISSN : 0853 – 3792.
2. Isolasi Campuran Sitonefol dan Geraniol dari Minyak Sereh Jawa Sebagai Bahan Dasar Parfum Bunga Mawar. *Jurnal Pendidikan Science* Vol. 27 No. 1 Maret 2003 : 22-27, ISSN : 0853 – 3792.
3. Karakteristik Lemak dan Analisis Komponen Asam Lemah Minyak Durian (*Durio Ziberthinus Murr.*). *Warta Teknologi Industri*, Vol. VIII No. 1 Juni 2003 : 33-36, ISSN : 1410 – 2749.
4. Kesulitan Mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA UNIMED Menyelesaikan Soal Spektroskopi. *Pelangi Pendidikan*, PP-Vol. 11 (1) Juni 2004 (35 – 38). ISSN : 0854 – 641X



UNIVERSITAS NEGERI MEDAN

(STATE UNIVERSITY OF MEDAN)

Jl. Willem Iskandar Psr. V Kotak Pos No.1589 – Medan 20221
Telp. (061) 6613365, 6613276, 6618758 Fax.(061) 6614002 - 6613319

SURAT PERINTAH KERJA (SPK)

Nomor : 01444A / J39.10/LK/2005

Tanggal : 24 Agustus 2005

Pada hari ini, Rabu tanggal dua puluh empat, bulan Agustus tahun dua ribu lima, kami yang bertanda tangan dibawah ini :

1. Drs. Evendi Ritonga, M.Pd

: Berdasarkan Surat Keputusan Rektor UNIMED No.: 00764 / J39/ KEP/2005, tanggal 02 Mei 2005 dalam hal ini Pejabat Pembuat Komitmen / Kuasa Penanggungjawab Administrasi Umum UNIMED (Kegiatan 5584) bertindak untuk dan atas nama Rektor untuk selanjutnya dalam SPK ini disebut sebagai **PIHAK PERTAMA**.

2. Prof.Dr.Abdul Muin Sibuea, M.Pd

: Ketua Lembaga penelitian UNIMED. Berdasarkan SK Pejabat Pembuat Komitmen/Kuasa Administrasi Umum UNIMED (Kegiatan 5584) Nomor : 599H/J39.16/SK/2005, tanggal 16 Mei 2005, dalam hal ini bertindak untuk dan atas nama Dosen Pelaksana Kegiatan Penelitian serta Seminar Hasil Penelitian, untuk selanjutnya dalam SK ini disebut sebagai : **PIHAK KEDUA**.

Kedua belah pihak secara bersama-sama telah sepakat mengadakan Perjanjian Kerja dengan ketentuan sebagai berikut :

PASAL 1 JENIS PEKERJAAN

Pihak Pertama memberi tugas kepada Pihak Kedua, dan Pihak Kedua menerima tugas tersebut untuk melaksanakan/koordinasi pelaksanaan 4 (empat) kegiatan Pelaksanaan Penelitian berjudul :

1. Penelitian Tindakan Kelas (PTK) dan Penelitian Peningkatan Kualitas Pembelajaran (PPKP),
2. Penelitian Ilmu Humaniora (Sosial, Ekonomi dan Bahasa/Seni), 3. Penelitian Pendidikan, Keolahraagaan dan Kesehatan, 4. Penelitian Sains, Teknologi dan Rekayasa.

PASAL 2 NILAI PEKERJAAN

Pihak Pertama memberi dana Pelaksanaan untuk 4 (empat) Kegiatan Penelitian tersebut sebesar Rp. 94.000.000.- (Sembilan puluh empat juta rupiah), termasuk pajak-pajak yang dibebankan kepada Dana DIPA Administrasi Umum UNIMED (Kegiatan 5584) TA. 2005, dan pembayarannya secara bertahap sebagai berikut :

PASAL 3 CARA PEMBAYARAN

1. Tahap I (Pertama) sebesar 70 % yaitu Rp.65.800.000.- (Enam puluh lima juta delapan ratus ribu rupiah), dibayar sewaktu Surat Perintah Kerja (SPK) ini ditandatangani oleh kedua belah pihak.

2. Tahap II (Kedua) sebesar 30 % yaitu Rp. 28.200.000.- (Dua puluh delapan juta dua ratus ribu rupiah), dibayar setelah Pihak Kedua menyerahkan 4 (empat) Laporan Hasil Penelitian (Kegiatan 5584) Kepada Pihak Pertama.



UNIVERSITAS NEGERI MEDAN (STATE UNIVERSITY OF MEDAN)

Jl. Willem Iskandar Psr. V Kotak Pos No.1589 – Medan 20221
Telp. (061) 6613365, 6613276, 6618758 Fax.(061) 6614002 - 6613319

PASAL 4 JANGKA WAKTU PELAKSANAAN

Pihak Kedua wajib menyelesaikan Kegiatan Pelaksanaan Penelitian dimaksud dalam pasal 1 SPK ini selambat-lambatnya tanggal 14 Nopember 2005, sejak tanggal SPK ini.

PASAL 5 LAPORAN

- Pihak Kedua menyampaikan 4 (empat) Laporan akhir Kegiatan Pelaksanaan Penelitian kepada Pihak Pertama sebanyak 6 (enam) eksemplar yang akan didistribusikan kepada :
 - Pihak Pertama sebanyak 4 (empat) laporan, masing-masing 1 (satu) eksemplar (ASLI) + copy
 - Lembaga Penelitian sebanyak 4 (empat) laporan, masing-masing 1 (satu) eksemplar beserta artikel dan berkas lain yang diminta oleh LP UNIMED
 - Kantor Pelayanan dan Perbendaharaan Negara (KPPN) Medan sebanyak 4 (empat) laporan, masing-masing 1 (satu) eksemplar.
 - Direktorat Pembinaan Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat (DP3M) Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Depdiknas RI sebanyak 4 (empat) laporan, masing-masing 2 (dua) eksemplar.
- Sistematika Laporan Akhir Kegiatan Pelaksanaan Penelitian harus memenuhi ketentuan seperti yang ditetapkan dalam buku Panduan Pelaksanaan Penelitian dan Pengabdian pada Masyarakat Edisi VI Tahun 2002 yang dikeluarkan oleh DP3M Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Depdiknas RI.
- Bersamaan dengan Laporan Akhir Pelaksanaan, PIHAK KEDUA juga menyampaikan Ringkasan Hasil Kegiatan dan artikel ilmiah.

PASAL 6 SANKSI

Apabila Pihak Kedua dalam melaksanakan kegiatan seperti tercantum pada pasal 1 penyelesaian laporan hasil, maka Pihak Kedua dikenakan sanksi :

- Denda sebesar 1 % perhari dengan maksimum denda sebesar 5 % dari nilai Surat Perintah Kerja (SPK)
- Tidak akan diikutsertakan dalam kegiatan Penelitian berikutnya.

PASAL 7

Surat Perintah Kerja (SPK) ini dibuat rangkap 6 (enam) dengan ketentuan sebagai berikut :

- (satu) lembar pada : Administrasi Umum UNIMED
- (satu) lembar pada : Ketua Pelaksana Kegiatan Pelaksanaan Penelitian
- (tiga) lembar pada : Kantor Pelayanan dan Perbendaharaan Negara (KPPN) Medan
- (satu) lembar pada : Lembaga Penelitian UNIMED

Pihak Kedua :

Ketua Tim Pelaksana,

Prof. Dr. Abdul Muin Sibuea, M.Pd.

NIP. 130935473

Pihak Pertama :

Pejabat Pembuat Komitmen /
Kuasa Penanggungjawab Kegiatan 5584

Drs. Evendi Ritonga, M.Pd

NIP. 131272205