

LAPORAN PENELITIAN  
FUNDAMENTAL



**TRANSFORMASI RISINOLEAT MINYAK JARAK  
SECARA DEHIDRASI MENJADI  
LINOLEAT OMEGA 6 DAN LINOLEAT TERKONJUGASI**

Oleh

Drs. Marham Sitorus, M. Si

Drs. Jamalum Purba, M. Si

Drs. Marudut Sinaga, M. Si

DIBIYAI OLEH DIREKTORAT JENDERAL PENDIDIKAN TINGGI  
DEPARTEMEN PENDIDIKAN NASIONAL  
SESUAI DENGAN SURAT PERJANJIAN PENELITIAN FUNDAMENTAL  
NO : 003/SP2H/PP/DP2M/III/2008  
TANGGAL : 6 MARET 2008

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI MEDAN  
NOVEMBER, 2008

## LEMBAR PENGESAHAN LAPORAN AKHIR

1. Judul Penelitian : Transformasi Risinoleat Minyak Jarak Secara Dehidrasi Menjadi Linoleat Omega 6 Dan Linoleat Terkonjugasi.
2. Ketua Peneliti  
a. Nama Lengkap : Drs. Marham Sitorus, M. Si  
b. Jenis Kelamin : Laki - Laki  
c. NIP : 131864166  
d. Pangkat/Golongan : Pembina/IV-a  
e. Jabatan Fungsional : Lektor Kepala  
f. Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia  
g. Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Medan (UNIMED)  
h. Lembaga Penelitian : Lembaga Penelitian UNIMED
3. Jumlah Tim Peneliti : 4 (empat) orang
4. Lokasi Penelitian : Laboratorium Kimia Organik Fakultas MIPA, Universitas Negeri Medan (UNIMED)
5. Kerja Sama Dengan Instansi lain : Tidak ada
6. Masa Penelitian : 12 bulan (1 tahun)
7. Biaya yang diperlukan : Rp 40.000.000,- (*Empat puluh juta rupiah*)  
Surat Perjanjian Kerja (SPK)  
No : 144/H33.8/KEP/PI/2008 tanggal 14 April 2008

Mengetahui  
Dekan F. MIPA UNIMED

Medan, November 2006

Ketua Peneliti,

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

Drs. Marham Sitorus, M. Si  
NIP. 131864166

Mengetahui

Ketua Lembaga Penelitian UNIMED

DR. Ridwan Abd. Sani, M. Si  
NIP. 131772614

## RINGKASAN

### Transformasi Risinoleat Minyak Jarak Secara Dehidrasi Menjadi Linoleat Omega-6 Dan Linoleat Terkonjugasi

Drs. Marham Sitorus, M. Si

Telah dilakukan dehidrasi risinoleat minyak jarak dengan variasi dehidrator ( $P_2O_5$ ,  $K_2CO_3$ ,  $H_3PO_4$ ,  $NaHSO_4$ ,  $Al_2O_3$ , *molecular sieve* dan bentonit yang diaktivasi dengan suhu  $150^\circ C$  dan katalis HCl) pada kondisi yang identik (suhu  $150^\circ C$ , perbandingan mol 1:1 dan waktu dehidrasi 2 jam). Minyak jarak yang digunakan adalah yang telah dimurnikan (*Refined Ricinus Castor Oil*) dengan komposisi berdasarkan GC – MS adalah : 85,06% risinoleat, 5,56 % linoleat, 4,07% oktadekanoat, 1,32% stearat dan 0,9 % palmitat. Hasil dehidrasi (*Dehydrated Castor Oil = DCO*) adalah dua asam lemak tidak jenuh yaitu linoleat [C:18: 2 (9,12)] atau *omega-6* dan linoleat terkonjugasi (*Conjugated Linoleic Acid = CLA*) [ C18: 2 (9, 11)]. Sifat spektroskopi IR spesifik dari risinoleat adalah serapan kuat dan lebar gugus  $-OH$  (pada  $C-12$ ) dengan bilangan gelombang  $3411\text{ cm}^{-1}$ .

Dehidrator yang paling optimal adalah  $P_2O_5$  berdasarkan parameter : kadar ALB/FFA hampir sama (1,855 % untuk minyak jarak dan 2,139% untuk DCO), kenaikan bilangan Iodium paling besar (49,860 mg/g untuk minyak jarak naik menjadi 63,090 mg/g untuk DCO), dan penurunan bilangan hidroksida paling besar (28,27 mg/g untuk minyak jarak turun menjadi 17,75mg/g untuk DCO).

Optimasi kondisi reaksi dilakukan dengan memvariasi jumlah dehidrator (3g, 5g dan 7g), suhu dehidrasi (suhu kamar,  $100^\circ C$  dan  $150^\circ C$ ) dan waktu dehidrasi (2 jam, 2,5 jam, 3 jam dan 3,5 jam). Dalam penelitian ini berdasarkan pengukuran parameter kadar ALB/FFA, bilangan Iodium dan sifat spektroskopi IR maka kondisi optimal untuk dehidrasi belum tercapai. Beberapa temuan yang diperoleh adalah : dehidrasi sebaiknya dilakukan dengan dehidrator yang bersifat basa atau netral, tidak bersifat oksidator, perbandingan mol 1:1, suhu dehidrasi yang tidak terlalu tinggi ( $100 - 150^\circ C$ ) dan waktu refluks sekitar 2 - 3,5 jam. Berdasarkan analisis GC – MS dehidrasi optimal dengan  $P_2O_5$  ( 7g,  $150^\circ C$  dan 3,5 jam) kadar risinoleat turun 14,13 % (85,08 % menjadi 70,93%) dan kadar linoleat omega -6 yang berimpit dengan linoleat terkonjugasi naik 17,74%(5,56% menjadi 23,03%). Hal ini mengindikasikan terjadinya dehidrasi yang didukung dengan munculnya serapan  $1666,3\text{ cm}^{-1}$  pada sepektra IR hasil dehidrasi yang mengindikasikan pertambahan ikatan rangkap (C=C).



## Transformation of Ricinoleic's Castor Oil by Dehydration to Linoleic (Omega – 6) and Conjugated Linoleic Acid

Drs. Marham Sitorus, M. Si.

The ricinoleic of Castor Oil was dehydrated by various dehydrator ( $P_2O_5$ ,  $K_2CO_3$ ,  $H_3PO_4$ ,  $NaHSO_4$ ,  $Al_2O_3$ , molecular sieve dan bentonite activated at  $450^\circ C$  with  $HCl$  catalyst) on the same condition ( $150^\circ C$ , mol ratio 1:1 and 2 hours). The starting material was *Refined Ricinus Castor Oil* and the composition of component based on GC-MS were : 85,06 % ricinoleic; 5,56% linoleic; 4,07% octadecanoic; 1,22 % stearic and 6,66 % palmitic. The specific wave number IR spectra of ricinoleic was bend with  $3411\text{ cm}^{-1}$  caused of hydroxyl (-OH) group at C-12. Dehydrated ricinoleic of Castor Oil in to linoleic C18 : 2 (9, 12) or omega-6 [C:18: 2 (9,12)] and conjugated linoleic (CLA) [C18: 2 (9,11)].

The best dehydrator was  $P_2O_5$  based on determine of three parameters were : Free Fatty Acid (FFA) nearly the same (1,855 % of Castor oil and 2,139 % of DCO), the most increased of Iodine value (49,860 mg/g of Castor oil in to 63,090 mg/g of DCO), and most decreased of hydroxyl number (28,27 mg of Castor oil in to 17,75 mg/g of DCO).

To optimized of dehydration was done by various number of  $P_2O_5$  (3g, 5g and 7g), temperature (room,  $100^\circ C$  and  $150^\circ C$ ) and time of dehydration ( 2h, 2,5h, 3h and 3,5h). Based on FFA, Iodine value and IR spectra the optimal condition of dehydration was not found yet. Some of suggested or idea for dehydration were: dehydration by mean base or neutral, non oxydator, mol ratio 1:1, temperature ( $100 - 150^\circ C$ ) and time of dehydration 2 + 0,5 h. Based on GC-MS the best DCO (7g  $P_2O_5$ ,  $150^\circ C$  and 3,5 h) were showed that the decrease of ricinoleic 14,13% (85,08% of Castor Oil to 70,93% of DCO) and increased linoleic together with CLA 17,74 % (5,56 of Castor oil to 23,03% of DCO). The wave number of adduct alkene (C=C) group ( $1666,3\text{ cm}^{-1}$ ) of IR spectra of DCO together with GC-MS Chromatogram's to indicated that dehydration of ricinoleic to linoleic (omega-6) and CLA was run.

## KATA PENGANTAR

Puji Syukur Penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa karena atas berkat dan rahmat-Nya maka penulis dapat menyelesaikan penelitian Fundamental dengan judul : *Transformasi Risinoleat Minyak Jarak Secara Dehidrasi Menjadi Linoleat Omega-6 Dan Linoleat Terkonjugasi dengan baik dan lancar.*

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

1. Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi (DIKTI) , Departemen Pendidikan Nasional melalui DP2M yang mendanai penelitian Fundamental ini melalui Proyek Dana Bersaing.
2. Lembaga Penelitian Universitas Negeri Medan (UNIMED) dan Dekan F-MIPA UNIMED yang membantu dalam kemudahan Administrasi.
3. Kepala Laboratorium Kimia UNIMED yang membantu dalam pemakaian fasilitas , peralatan gelas dan inden bahan kimia habis pakai untuk keperluan penelitian serta pembuatan spektra IR
4. Kepala Laboratorium Kimia Analisa Instrumentasi F-MIPA UPI Bandung atas pembuatan spektra GC – MS untuk analisis komposisi minyak jarak dan minyak jarak hasil dehidrasi.

Penulis menyadari bahwa penelitian ini belumlah sempurna walaupun penulis telah bekerja semaksimal mungkin . Namun demikian penulis berharap semoga hasil penelitian ini berm manfaat bagi siapa saja yang menggunakannya.

Medan, November 2008

(Penulis)

Halaman Judul				i
Lembar Pengesahan Laporan Akhir				ii
Ringkasan				iii
Summar				iv
Kata Pengantar				v
Daftar Isi				vi
Daftar Gambar				vii
Daftar Tabel				viii
Daftar Lampiran				ix
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>				<b>1</b>
1.1. Latar Belakang				1
1.2. Perumusan Masalah				4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>				<b>5</b>
2.1. Tanaman Jarak				5
2.2. Bagian Tanaman Yang Bermanfaat				6
2.3. Minyak Jarak				8
2.4. Transformasi Minyak Jarak Menjadi Senyawa Lain Yang Lebih Bermanfaat				10
2.4.1. Transformasi Risinoleat Menjadi Linoleat Dan Linoleat Terkonjugasi Melalui Reaksi Dehidrasi				11
2.4.2. Hasil Penelitian Dan Kajian Pustaka Pendukung				15
<b>BAB III TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN</b>				<b>18</b>
3.1. Tujuan Penelitian				18
3.2. Manfaat Penelitian				19
<b>BAB IV METODE PENELITIAN</b>				<b>21</b>
4.1. Waktu dan Tempat Penelitian				21
4.2. Alat dan Bahan Penelitian				21



4.2.1. Peralatan	21
4.2.2. Bahan Kimia Habis Pakai	21
4.3. Prosedur Penelitian	22
4.3.1. Pembuatan Larutan Standar	22
4.3.1.1. Larutan Standar NaOH	22
4.3.1.2. Larutan Standar Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	22
4.3.2. Karakterisasi Minyak Jarak	23
4.3.2.1. Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas	23
4.3.2.2. Penentuan Bilangan Iodium	23
4.3.2.3. Penentuan Bilangan Hidroksida	24
4.3.3. Penentuan Komposisi Minyak Jarak	24
4.3.4. Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak Menjadi DCO (Dehydrated Castor Oil)	25
4.3.4.1. Optimasi Dehidrator	25
4.3.4.2. Optimasi Kondisi Reaksi Dehidrasi	25
<b>BAB V HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN</b>	26
5.1. Karakterisasi Minyak Jarak	26
5.1.1. Kadar Asam Lemak Bebas	26
5.1.2. Bilangan Iodium	27
5.1.3. Bilangan Hidroksida	28
5.2. Komposisi Dan Sifat Spektroskopi Minyak Jarak	29
5.2.1. Komposisi Minyak Jarak	29
5.2.3. Sifat Spektroskopi IR Minyak Jarak	31
5.3. Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak	33
5.3.1. Optimasi Dehidrator Yang Kemoselektif	34
5.3.1.1. Kadar ALB/FA Dengan Variasi Dehidrator	35
5.3.1.2. Bilangan Iodium Dengan Variasi Dehidrator	36

5.3.2. Optimasi Kondisi Reaksi Dengan

Dehidrator  $P_2O_5$

5.3.3. Sifat Spektroskopi IR Dan Komposisi Komponen

Penyusun Hasil Dehidrasi Dengan  $P_2O_5$

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1. Kesimpulan

6.2. Saran

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN – LAMPIRAN



## DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1	: Pohon Jarak	6
Gambar 2.2	: Biji tanaman jarak yang telah dikupas	7
Gambar 2.3	: Struktur Asam kisinoleat	11
Gambar 5.1	: Kromatogram FAME Minyak jarak	30
Gambar 5.2	: Sifat Spektroskopi IR Minyak jarak	32
Gambar 5.3	: Kadar ALB/FFA hasil dehidrasi dengan variasi dehidrator	35
Gambar 5.4	: Bilangan Iodium hasil dehidrasi dengan variasi dehidrator	37
Gambar 5.5	: Bilangan Hidroksida hasil dehidrasi dengan variasi dehidrator	39
Gambar 5.6	: Spektra IR hasil dehidrasi dengan P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 7g, suhu 150° C dan waktu refluks 3,5 jam	41
Gambar 5.7	: Kromatogram hasil dehidrasi dengan P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 7g, suhu 150° C dan waktu refluks 3,5 jam	45

## DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 1.1	: Komposisi Asam Lemak Penyusun Minyak Jarak	8
Tabel 1.1	: Kadar Asam Lemak Bebas (ALB/FFA) Minyak Jarak	27
Tabel 1.2	: Bilangan Iodium Minyak Jarak	28
Tabel 1.3	: Bilangan Hidroksida Minyak Jarak	29
Tabel 1.4	: Komposisi Penyusun Minyak Jarak	30
Tabel 1.5	: Rekapitulasi Kadar ALB/FFA Bilangan Iodium dan Bilangan Hidroksida Hasil Dehidrasi dengan variasi dehidrator	40
Tabel 1.6	: Kadar ALB/FFA dengan variasi jumlah suhu dan waktu refluks	42
Tabel 1.7	: Bilangan Iodium dengan variasi jumlah suhu dan waktu refluks	43
Tabel 1.8	: Komposisi hasil dehidrasi dengan P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 7g, suhu refluks 150°C dan waktu refluks 1,5 jam	46

## DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran 1	: Standarisasi NaOH 0,1 N dan Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,1 N	51	
Lampiran 2	: Database Library struktur minyak jarak	53	
Lampiran 3	: Kadar Asam Lemak Bebas (ALB/FFA) dengan variasi dehidrator	57	
Lampiran 4	: Bilangan Iodium dengan variasi dehidrator	67	
Lampiran 5	: Bilangan Hidroksida dengan variasi dehidrator	69	
Lampiran 6	: Kadar ALB dengan variasi jumlah dehidrator waktu dan variasi suhu refluks	71	
Lampiran 7	: Bilangan Iodium dengan variasi jumlah dehidrator suhu dan waktu dehidrasi	73	
Lampiran 8	: Database Library struktur minyak jarak hasil dehidrasi Dengan dehidrator P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 7g, suhu 150° dan waktu refluks 3,5 jam	75	
Lampiran 9	: Curriculum Vitae Tim Peneliti	84	
Lampiran 9	: Surat Perjanjian Kerja (SPK)	92	
Lampiran 10	: Naskah Publikasi Jurnal	94	



## BAB I PENDAHULUAN

### 1. 1. Latar Belakang.

Asam linoleat (Omega-6) dan isomernya yaitu Asam Linoleat terkonjugasi (*Conjugated Linoleic Acid = CLA*) sangat terbatas sebarannya dalam makhluk hidup baik sebagai nabati maupun hewani [1-6]. Di sisi lain kedua isomer tersebut sangat esensial bagi manusia baik sebagai makanan suplemen maupun untuk mencegah dan mengobati berbagai macam penyakit khususnya penyakit yang berhubungan dengan kardio vaskuler seperti hipertensi, sebagai anti bodi dan serum, anti kanker dan anti tumor [4-5, 11-27,76,83], sebagai anti oksidan [71-72] dan lain - lain. Di samping itu linoleat adalah merupakan zat pemula (prekursor) untuk biosintesa PUFA (*Poly unsaturated Fatty Acid*) melalui perpanjangan ikatan rangkap terkonjugasi (*elongasi*) seperti *DHA (Docosa Hecsaenoic Acid)*, *EPA (Eicosa Pentaenoic Acid)* dan *AA (Arachidonic Acid)* yang sejauh ini dikonsumsi dari minyak ikan serta produk olahan susu yang berperan dalam perkembangan otak balita dan indera mata [4,10]. Untuk keperluan non konsumsi linoleat dan CLA juga digunakan untuk berbagai kebutuhan seperti nutrisi untuk pemijahan ikan langka seperti ikan kelabak [10], industri cat [6,29], sebagai pemecah emulsi (emulgator) pada industri petroleum [30] dan pertumbuhan beberapa mikroorganisme untuk keperluan teknologi fermentase [28].

Secara biosintesa pada tumbuhan yang diproduksi adalah linoleat atau omega-6 seperti pada: bunga matahari [6], kacang kedelai, minyak zaitun dan minyak kemiri dengan kadar yang relatif rendah [5 - 6]. Beberapa biji tumbuhan khas Negara Turki famili *Rosacea* juga mengandung linoleat [61]. Linoleat adalah suatu lemak atau triasil gliserida (*Three Acyl Glyceride = TAG*) dengan notasi

[18: 2(9,13)] secara spesifik isomer asam linoleat terkonjugasi (*Conjugated Linoleic Acid - CLA*) . secara biosintesis dihasilkan oleh hewan yaitu dengan merubah linoleat oleh enzim isomerase [41-44]. Pada ternak ruminansia dan merupakan satu – satunya sumber CLA, biosintesisnya dikatalisis oleh enzim linoleat isomerasi dari bakteri *Butyrvibrio fibrisolvens* [76] yang dihasilkan usus, sehingga kadar CLA dalam daging hewan ruminansia, susu dan produk olahannya sangat rendah. Kadar CLA dalam daging ternak ruminansia (hewan), susu dan olahannya adalah sebagai berikut : biri – biri 1,2 %, sapi 0,6%, susu 0,98%, krim 0,77%, mentega 0,94% dari total minyak atau lemak [76]. Disisi lain baik linoleat maupun CLA sangat esensial dengan fungsi yang spektrumnya sangat luas sehingga sejauh ini linoleat atau Omega-6 dan CLA masih merupakan konsumsi masyarakat golongan menengah ke atas . Dengan demikian pencarian sumber alternatif linoleat dan CLA yang murah, kadar yang tinggi dan terbarukan adalah merupakan kajian yang prospek dan perlu [1, 5,57-58].

Pada penelitian ini dikaji sumber alternatif linoleat dan CLA . yaitu dengan mentransformasi risinoleat minyak jarak (*Castor Oil*) dari biji tanaman *Ricinus communis Linn* melalui reaksi dehidrasi . Hasil dehidrasi adalah minyak jarak terdehidrasi (*Dehydrated Castor Oil = DCO*) yang kaya akan linoleat (omega-6) dan asam linoleat terkonjugasi (CLA). Pemanfaatan minyak jarak sebagai bahan baku sangat potensial, prospek dan unggul karena kadar minyak jarak dalam biji tanaman jarak relatif tinggi (40 -50%) dengan kadar risinoleat dapat mencapai 90%. Selain itu minyak jarak merupakan minyak non konsumsi (*non edible oil*) sehingga tidak bersaing dengan minyak konsumsi (*edible oil*) [7,39,55-56,61] yang selama ini digunakan sebagai sumber linoleat, CLA dan olahannya.

Ditrapikan akan diperoleh sumber alternatif omega-6 dan CLA yang relatif murah, kadar tinggi dan terbarukan, karena budidaya tanaman jarak sebagai penghasil minyak relatif mudah, baik secara vegetatif (stek) maupun generatif bahkan kultur jaringan serta tidak menuntut kesuburan tanah yang ketat, bahkan dapat tumbuh baik di lahan marginal (kritis) di samping harganya yang relatif murah dan umur berproduksi relatif pendek [49,66,70,86]. Secara keseluruhan reaksi adalah eliminasi air dari risinoleat sehingga kajian difokuskan pada pencarian dehidrator yang selektif untuk mendapatkan hasil yang optimal. Hal lain yang dikaji adalah kondisi reaksi dehidrasi yang optimal dengan dehidrator yang paling baik berupa jumlah pereaksi suhu dan lama reaksi [31-40]. Penentuan parameter kualitas minyak jarak dan produk yang dihasilkan (DCO = Omega-6 dan CLA) dilakukan dengan titrasi sedangkan kadar risinoleat, persen komposisi dan identifikasi hasil dilakukan dengan spektroskopi IR, GC dan GC-MS. Parameter utama untuk melihat kesempurnaan reaksi adalah kadar Asam Lemak Bebas (ALB) atau Free Fatty Acid (FFA), bilangan Iodium dan bilangan Hidroksida. Hasil yang ideal untuk DCO adalah kadar ALB/FFA konstan yang mengindikasikan tidak terjadi reaksi samping berupa hidrolisis lemak, bilangan Iodium naik sekitar dua kali yang disebabkan pertambahan satu ikatan rangkap dan bilangan hidroksida adalah nol atau serapan gugus hidroksida (-OH) tidak muncul lagi pada spektra IR, karena gugus (-OH) telah tereliminasi dalam bentuk molekul air (dehidrasi).

Luaran penelitian yang dihasilkan adalah mendapatkan dehidrator dan kondisi reaksi optimal untuk dehidrasi risinoleat minyak jarak (Castor Oil) menjadi omega-6 dan asam linoleat terkonjugasi. Tujuan akhirnya adalah menjadikan minyak jarak sebagai sumber alternatif asam linoleat (omega-6) dan Asam linoleat



terkonjugasi (CLA) yang terbarukan yang berasal dari minyak non pangan (*non edible oil*), yang dibuat di laboratorium (*in vitro*) sehingga tidak bersaing dengan sumber CLA dari minyak atau lemak yang dikonsumsi (*edible oil*) yang akan dipublikasikan pada Jurnal Nasional terakreditasi.

## 1.2. Perumusan Masalah.

Sebagai arahan dalam penelitian ini maka yang menjadi rumusan masalah adalah sebagai berikut.

1. Berapa kadar ALB/FFA, bilangan Iodium, Bilangan hidroksida dan kadar asam risinoleat minyak jarak (Castor Oil) yang digunakan sebagai bahan awal (sampel) untuk reaksi dehidrasi.
2. Dehidrator apa yang paling optimal untuk dehidrasi minyak jarak menjadi omega-6 dan asam linoleat terkonjugasi (CLA).
3. Bagaimana kondisi optimal reaksi dehidrasi yaitu berupa jumlah dehidrator, suhu dehidrasi dan lama reaksi untuk menghasilkan DCO yang maksimal.
4. Berapa kadar ALB/FFA, bilangan Iodium, Bilangan hidroksida hasil dehidrasi dengan dehidrator dan kondisi dehidrasi yang optimal.
5. Berapa persen risinoleat minyak jarak yang terdehidrasi dan berapa kenaikan kadar linoleat (omega-6) dan asam linoleat terkonjugasi.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Tanaman Jarak

Tanaman jarak (*Bizimut communis Linn*) adalah merupakan tanaman liar yang tumbuh di hutan-hutan tropis dan sub tropis dengan habitat dataran rendah sampai ketinggian 800 m di atas permukaan laut atau di sepanjang pantai [8, 58 - 59]. Tumbuhan ini diduga berasal dari Afrika dan pada zaman Firaun dibudidayakan secara besar-besaran untuk diambil minyaknya yang digunakan untuk acara ritual pemakaman keluarga Raja. Selanjutnya tanaman ini menyebar ke Asia termasuk Persia, India, Malaysia, dan Indonesia. Dewasa ini tanaman jarak telah dibudidayakan sebagai komoditi perkebunan namun masih relatif terbatas. Tanaman jarak relatif mudah dibudidayakan dan spektrum pertumbuhannya sangat luas, tidak perlu tanah yang terlalu subur bahkan tumbuh dengan baik di lahan kritis (marginal) dengan pH tanah sekitar 6 - 7 [8]. Tanaman jarak adalah merupakan tanaman perdu (semak), berbatang tegak dengan tinggi (1 - 5) meter. Batangnya berkayu, bulat licin, berongga dengan tanda bekas tangkai daun yang lepas dan daun berwarna hijau dengan semburat warna merah tua. Daunnya adalah tunggal dengan helai bundar dan bercangkup menjari 7 - 9 buah dengan ujung runcing, tepi bergerigi dengan ukuran luas permukaan 10 - 25 cm<sup>2</sup>.

Bunganya adalah majemuk berbentuk tandan di ujung batang dengan warna kuning dan berkelamin satu. Berbenang sari banyak, tangkai putik pendek berwarna merah atau merah muda. Buah yang merupakan bagian yang banyak dimanfaatkan berupa kotak berbentuk bulat lonjong, berlekuk tiga dan berkumpul dalam tandan. Buah berduri lunak, berwarna hijau muda dengan rambut berwarna merah pada waktu muda dan setelah tua akan menjadi hitam. Biji relatif keras.

konjong berwarna coklat hitam hitam. Tumbuhan jarak sangat mudah diperbanyak baik secara generatif melalui biji maupun secara vegetatif dengan stek [8]. Untuk mempercepat umur berproduksi beberapa Negara seperti Amerika Serikat dan Qatar telah melakukan rekayasa genetik berupa kultur jaringan [62,70].



Gambar 2. 1 : Pohon jarak

## 2. 2. Bagian Tanaman Yang Bermanfaat.

Hampir semua bagian tanaman jarak dapat dipergunakan seperti daun, akar dan yang paling banyak adalah bijinya untuk diambil minyaknya. Biji jarak yang masih segar akan bersifat racun bila ditelan secara berlebihan. Minyak jarak tidak digunakan sebagai konsumsi (non edible oil) [7,54] karena komponen utamanya yaitu risinoleat tidak esensial. Bungkil yang diperoleh dari proses pengolahan minyak jarak mempunyai kandungan protein yang cukup tinggi tetapi juga mengandung racun yang cukup kuat yang terdapat dalam bentuk risin yang merupakan protein yang bersifat racun yaitu: *Risnin, yang merupakan alkaloid bersifat racun dan Heat-Stable Allergen yang dikenal sebagai CB-1A* [7,9, 54].



Gejala keracunan adalah berupa sakit kepala, muntaber, panas, leukositosis, produksi lendir berhenti, keringat dingin, kejang – kejang sampai meninggal. Diperkirakan kematian dapat terjadi bila menelan 20 biji jarak untuk dewasa dan 2 – 5 biji jarak untuk anak- anak. Racun dalam minyak jarak dapat dihilangkan dengan cara pemanasan minyak jarak namun bila suhu terlalu tinggi akan menurunkan bahkan menghilangkan daya anti kanker [7].

Biji dan minyak jarak dapat digunakan untuk mengatasi kesulitan buang air besar (konstipasi), membantu kontraksi pada ibu yang akan melahirkan dan sebagai obat penyubur rambut. Secara tradisional masyarakat telah menggunakan minyak jarak untuk mengobati kanker mulut rahim, kanker kulit, bisul, koreng, kudis dan infeksi jamur. Daun jarak digunakan untuk mengobati reumatik, hernia, batuk sesak, koreng, eksim, gatal - gatal (prunitus), bengkak, luka dan melepuh dan juga untuk memperlancar asi (proses laktasi). Sedangkan akar sering digunakan untuk mengobati reumatik sendi atau tulang, luka memar, epilepsi, bronchitis dan TBC kelenjar [7, 3-54, 57].



Gambar 2.2 : Biji tanaman jarak yang telah dikupas

### 2.3. Minyak jarak.

Secara kimia daun mengandung saponin dan beberapa senyawa flavonoida antara lain : kaempferol, kaempferol-3-rutinosida, kuersetin, isokuersetin dan rutin. Di samping itu dalam jumlah yang relatif kecil juga mengandung astragalim, renutrin, risinin dan Vitamin C. Sedangkan akar mengandung meta-trans-2-dekkena-4,6,8-trional dan 1-[7-dekkena 3,5,6,7,11]-pentin-beta-sitotérol [7, 8].

Biji jarak adalah bagian dari tanaman jarak yang banyak dimanfaatkan terutama minyaknya (trigliserida). Biji jarak mengandung 40 – 50% minyak jarak (*oleum ricini kastrolii*) yang mengandung bermacam – macam trigliserida dengan trigliserida risinoleat merupakan komponen utama yang dapat mencapai hingga 90% [36 – 40, 48 – 53]. Minyak jarak secara tradisional dihasilkan dengan cara pengempaan, sedangkan di Laboratorium dihasilkan dengan cara ekstraksi (shokletasi) dengan pelarut n-heksana dengan komposisi kimia dari minyak jarak secara umum yang diperoleh dari famili *euphorbiase* adalah seperti pada tabel 2.1 berikut ini.

**Tabel 2. 1 : Komposisi Asam lemak penyusun minyak jarak.**

Jenis Asam lemak	Rumus Molekul	Persen Berat (%)
1. Asam risinoleat	$C_{18}H_{34}O_2$	90
2. Asam dihidroksi stearat	$C_{18}H_{36}O_4$	0,7
3. Asam palmitat	$C_{18}H_{32}O_2$	1,0
4. Asam stearat	$C_{18}H_{36}O_2$	1,0
5. Asam oleat	$C_{18}H_{34}O_2$	3,0
6. Asam linoleat	$C_{18}H_{32}O_2$	4,2
7. Asam linolenat	$C_{18}H_{30}O_2$	0,3
8. Asam eikosanoat	$C_{18}H_{40}O_2$	0,3

Sumber : Jayant 2003[7]

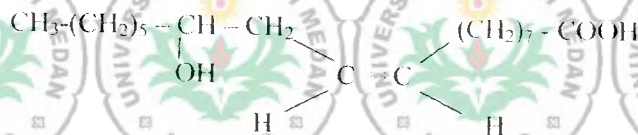
Komposisi minyak jarak juga berbeda sesuai dengan daerah asal (geografis) seperti minyak jarak Aceh mempunyai komposisi 87% risinoleat, 7% oleat, 3% linoleat, 1% stearat dan sisanya adalah dihidroksi stearat [53]. Sedangkan minyak jarak yang berasal dari Kabupaten Dairi Sumatera Utara mempunyai komposisi: 77,94% risinoleat, 10,72% linoleat, 2,57% metil-11-oktadekaonat, 2,11% palmitat dan 0,66% stearat [36, 51 – 52].

Minyak jarak sangat berbeda dengan minyak (lipida) pada umumnya dengan sifat grafitasinya yang tinggi serta viskositas dan kebiasaannya yang spesifik. Sifat khas lainnya adalah : kelarutan dalam alkohol 1 ml/2 ml alkohol 95% pada suhu kamar dan larut sempurna dalam methanol murni [7,9]. Minyak jarak adalah salah satu jenis lipid yang tidak lazim dikonsumsi (non edible oil) karena trigliseridanya tidak esensial terutama komponen utamanya yaitu risinoleat namun bahan olahannya telah luas digunakan dalam berbagai industri seperti : pelumas, pewarna, resin, pemlastis, furnish, tinta, adesif, laminatif, pelarut, pelapis dan belakangan ini sebagai biodisel. [7, 39, 51 – 52].

Pemanfaatan minyak jarak yang begitu luas dalam berbagai industri menyebabkan minyak jarak sebetulnya adalah merupakan komoditi yang cukup potensial untuk dikembangkan. Hal ini juga didukung oleh pembudidayaan tanaman jarak yang relatif mudah dan juga tidak menuntut persyaratan kesuburan tanah yang ketat. Dalam pemanfaatannya pada berbagai industri maka minyak jarak terlebih dahulu diolah secara kimia melalui transformasi (proses semisintetis) baik dalam bentuk bahan baku maupun bahan setengah jadi [1,48-49]. Pengolahan secara kimia pada hakekatnya adalah konversi trigliserida risinoleat sebagai komponen utama menjadi senyawa lain yang lebih bermanfaat.



Asam risinoleat mempunyai struktur yang spesifik yang tidak lazim seperti trigliserida pada umumnya yaitu mempunyai satu gugus hidroksil (-OH) pada rantai samping (3) pada posisi C<sub>9</sub> dan satu ikatan rangkap pada C<sub>11</sub> dengan notasi struktur [*c* 18: 1; (9), (12 - OH)], sehingga minyak jarak adalah merupakan kelompok lemak tidak jenuh. Nama kimia risinoleat adalah 12 - hidroksi oktadekana - 9 - cis enoat dengan struktur asam lemaknya seperti Gambar 2.3 berikut ini.



**Gambar 2.3 : Struktur Asam Risinoleat**

#### 2. 4. Transformasi Risinoleat Minyak Jarak Menjadi Senyawa Lain Yang Lebih Bermanfaat.

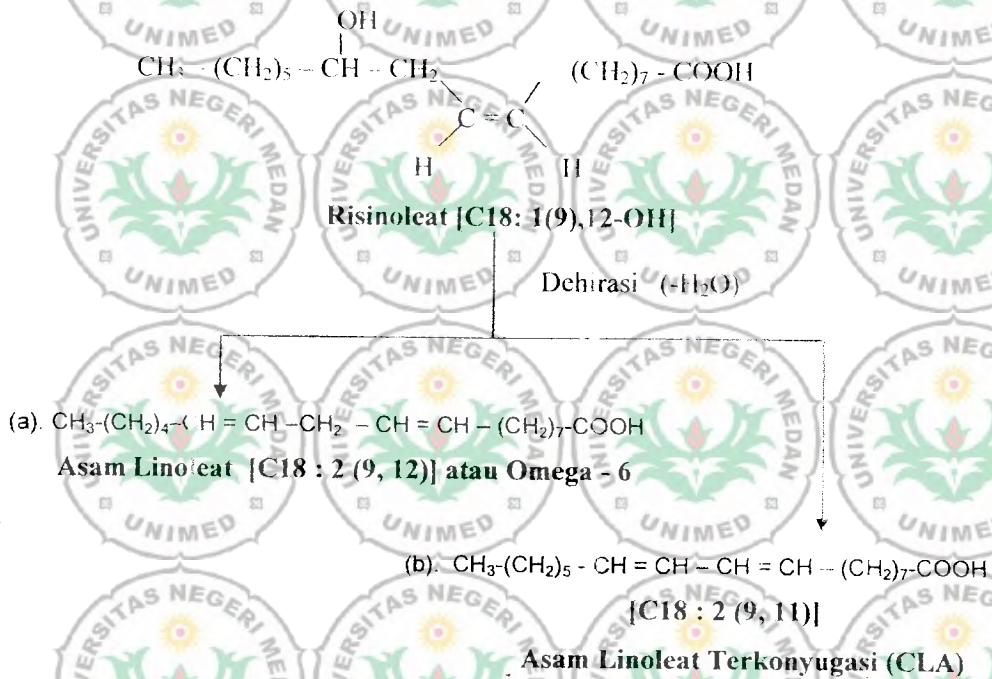
Transformasi risinoleat melalui proses semisintetik adalah merupakan transformasi gugus fungsional yang terdapat pada risinoleat. Risinoleat mempunyai tiga gugus fungsional yaitu hidroksi (-OH), alkena dan triester gliserida. Dengan demikian keversinya menjadi senyawa lain yang lebih bermanfaat untuk keperluan berbagai konsumsi, industri dan keperluan lain adalah dengan transformasi ketiga gugus fungsional tersebut baik secara tunggal, maupun simultan dan berturutan yang didasarkan pada teori kimia organik sintetik [1,5, 7].

Berbagai transformasi telah dilakukan oleh beberapa peneliti berdasarkan kajian teoritis yang telah dikemukakan di atas dan juga didasarkan pada teori kimia organik sintetik [1,5, 7]. Beberapa transformasi yang sudah dilakukan adalah pembuatan poliakrilat untuk industri cat [29], modifikasi risinoleat minyak jarak

menjadi deterjen dan Turkey Red Oil [48-49], Saponin dan ureat [51], pembuatan esen sintetis [52] dan lain – lain yang bertujuan untuk menaikkan nilai ekonomis minyak jarak tersebut, karena akan menghasilkan produk yang lebih bermanfaat dan bernilai relatif lebih mahal dibandingkan dengan minyak jarak itu sendiri.

#### 2. 4. 1. Transformasi Risinoleat Menjadi Linoleat Dan Linoleat Terkonjugasi Melalui Reaksi Dehidrasi.

Secara umum transformasi risinoleat yang telah dikemukakan di atas produknya adalah untuk kebutuhan industri non pangan (*non edible oil*), maka dalam penelitian ini dikaji salah satu transformasinya menjadi produk untuk konsumsi (*edible oil*) yaitu transformasinya menjadi asam linoleat (omega- 6) dan Asam linoleat terkonjugasi (*Conjugated Linoleic Acid = CLA*). Persamaan reaksi dehidrasinya dalam bentuk asam lemaknya secara umum adalah sebagai berikut.



Secara keseluruhan reaksinya adalah reaksi eliminasi air (dehidrasi) yang menghasilkan *Dehydrated Castor Oil (DCO)* [37, 39 – 40]. Karena risinoleat mempunyai dua Hidrogen alpha (H $\alpha$ ) terhadap gugus (COH) yaitu pada C $_1$  dan C $_2$  maka DCO terdiri dari dua produk yaitu linoleat (omega-6) dengan notasi [C18: 2 (11, 12)] produk (a) dan asam linoleat terkonjugasi (Conjugated Linoleic Acid = CLA) dengan notasi [C18: 2 (9,11)] produk (b) sebagai produk dominan yang dapat mencapai 70%, karena stabilisasi resonansi ikatan rangkap konjugasi [37]. Baik linoleat maupun Linoleat Terkonjugasi (CLA) sangat terbatas diproduksi oleh makhluk hidup baik nabati maupun hewani. Dalam tumbuhan yang diproduksi adalah linoleat seperti pada: bunga matahari [6], kacang kedelai, minyak zaitun dan sejumlah kecil (konsentrasi rendah) dalam minyak kemiri [5 - 6]. Beberapa biji tumbuhan khas Negara Turki famili *Rosacea* juga mengandung linoleat [59]. Linoleat adalah suatu triasil gliserida (*Three Acyl Glyceride = TAG*) dengan notasi [18: 2(9,11)] yang disebut juga omega - 6 dan linoleat terkonjugasi (*CLA = conjugated linoleic acid*) dengan notasi [C18:2(9,11)].

Linoleat terkonjugasi tidak terdapat pada tumbuhan tetapi secara biosintesis dihasilkan oleh hewan dari linoleat oleh enzim isomerase [41-44]. Pada ternak ruminansia biosintesa CLA diperoleh dari linoleat yang dikatalisis oleh enzim linoleat isomerase yang dihasilkan oleh bakteri *Butyrivibrio fibrisolvens* yang terdapat di usus [67]. Kadar linoleat dalam tumbuhan pada umumnya relatif rendah yaitu maksimal 25% dari total minyak, kecuali dalam suatu tanaman khas Turki *Pomegranat* dapat mencapai 60 – 80% dari total minyaknya [59]. Sebagai CLA kadarnya dalam daging ternak ruminansia (hewani), susu dan olahannya sangat rendah yaitu : biri – biri 1,2 %, sapi 0,6%, susu 0,98%, krim 0,77%, mentega



0,94% dari total minyak atau lemak. Untuk kebutuhan asupan CLA di Amerika diperoleh dari daging sapi (76%) dan di Eropa dari keju (83%) [12, 17-18, 59].

Secara umum linoleat dapat menurunkan kadar kolesterol darah sehingga mencegah penyakit hipertensi dan obesitas [15, 27] serta bahan enkapsulasi pada obat seperti untuk Nampiroxen [11].

Secara spesifik CLA disamping dapat mencegah penyakit di atas, juga dapat mencegah penyakit kanker dan tumor [18,67], bersifat antioksidan yang setara dibandingkan dengan Vitamin E, Vitamin C dan BHT [68 - 69], anti peradangan (inflamatori) dan anti osteoarthritis [21 -22,67], antibodi dan serum [16, 18 - 20, 26,75], anti atheroskeloresis[23], sebagai suplemen makanan pada proses diet [12-14 ,67], mencegah obesitas dan hipertensi [15, 17,24, 27, 67]. Karena CLA mempunyai ikatan rangkap yang terkonjugasi, maka diyakini dapat mengganti PUFA (*poly unsaturated fatty acid*) seperti *DHA (Docosa heksanoat acid)* dan *EPA (Eicosa pentanoic Acid)* yang berperan dalam perkembangan otak balita [4 - 5]. Aktivitas CLA telah berhasil diujikan pada berbagai hewan percobaan sebagai serum [20] dan anti hipertensi untuk tikus percobaan [24], anti atheroskelorosis pada kelinci [25], menghambat pertumbuhan kolon yang diinduksi karsinogenesis pada kulit dan payudara, menurunkan kadar kolesterol jahat (*LDL: low density lipoprotein*) dan atheroskelorosis pada tikus dan kelinci percobaan [67]. Sebagai anti oksidan CLA efektifitasnya setara dengan anti oksidan yang umum seperti vitamin E, vitamin C(asam askorbat) dan BHT yang diujikan pada radikal 2, 2 -difenil - 1- pikrihidrazil (*DPPH*)[68 - 69] dan mempunyai keunggulan yaitu tidak mempunyai efek samping. Sedangkan pemanfaatan CLA untuk non edible oil, biasanya secara bersama - sama dengan linoleat yang dikenal omega -6 adalah untuk pemijahan

ikan [10, 6], media untuk pertumbuhan beberapa mikroorganisme [28], bahan campuran industri cat [6] dan emulgator pada pertumbuhan minyak bumi [30] dan berbagai kebutuhan industri lainnya.

Karena spektrum pemanfaatan linoleat (omega - 6) dan CLA yang begitu luas sehingga CLA dikenal dengan istilah nutrisi ajaib [67]. Namun karena sebarannya di alam sangat terbatas serta kadar yang relatif rendah menyebabkan sejauh ini kegunaannya masih merupakan konsumsi masyarakat golongan menengah ke atas padahal kedua lemak tersebut sangat esensial. Oleh karena itu pencarian sumber alternatif linoleat dan CLA yang murah dengan kadar tinggi dan terbarukan adalah hal yang mendorong peneliti untuk memfokuskan kajian pengolahan risinoleat minyak jarak menjadi sumber alternatif linoleat dan CLA.

Metabolit alam (primer dan sekunder) baik nabati maupun hewani (*in vivo*) yang kadar dan sumbernya terbatas, sementara senyawa tersebut sangat esensial maka perlu dipikirkan kajian untuk memproduksinya di laboratorium (*in vitro*) melalui proses transformasi atau semisintetik [1, 4 - 5, 58]. Minyak jarak sangat potensial dikembangkan sebagai sumber linoleat dan CLA karena disamping kadar lemaknya yang cukup tinggi dalam biji (40 - 50%), juga mengandung risinoleat sebagai komponen yang akan ditransformasi mempunyai kadar tinggi yang dapat mencapai 90% [7, 9, 39, 48-53].

Penggunaan minyak jarak sebagai bahan baku akan menjadikan minyak jarak sebagai sumber linoleat dan CLA terbarukan (*renewable*), karena budidaya tanaman jarak sebagai produsennya relatif mudah baik secara vegetatif (stek), maupun generatif (biji), umur berproduksi relatif pendek (sekitar 2 tahun) serta tidak menuntut persyaratan kesuburan tanah yang ketat bahkan tumbuh dengan baik di

lahan kritis (marginal) dan berbagai relatif murah [8]. Tanaman ini bahkan sering diabaikan orang karena dianggap sebagai tanaman liar dan gulma [58, 87], padahal sangat potensial. Sehingga untuk percepatan pembudidayanya Amerika Serikat dan Qatar telah menerapkan teknologi rekayasa genetik seperti kultur jaringan [62, 70]. Hal lain yang dianggap mendukung penggunaan minyak jarak sebagai bahan awal adalah karena minyak jarak merupakan kelompok minyak non konsumsi (*non edible oil*) sehingga tidak bersaing dengan minyak konsumsi (*edible oil*) yang sejauh ini adalah menjadi sumber linoleat dan CLA.

#### 2. 4. 2. Hasil Penelitian Dan Kajian Pustaka Pendukung

Secara umum tahapan penelitian yang dilakukan adalah : *dehidrasi, karakterisasi (penetapan parameter kimia) dan identifikasi* hasil. Dehidrasi (eliminasi air) adalah hal yang sudah umum dilakukan untuk alkohol dan menghasilkan suatu alkena, namun untuk makromolekul yang bergugus fungsi jamak seperti risinoleat penerapannya perlu pengkajian yang mendalam untuk menghasilkan hasil yang optimal. Produk dehidrasi yang dihasilkan adalah perubahan risinoleat menjadi linoleat (omega 6) dan linoleat terkonjugasi (CLA) atau dikenal sebagai "*Dehydrated Castor Oil = DCO*".

Beberapa penelitian terdahulu yang mendukung penelitian ini telah dilakukan baik oleh peneliti maupun oleh peneliti lain yang digunakan sebagai acuan antara lain: dehidrasi isoamil alkohol menjadi alkena [35 -36], dehidrasi thermal zeolit etanol menjadi etena [32] dan dehidrasi n-butanol menjadi n-butena sebagai bahan polimer [31, 33 - 34]. Secara spesifik dehidrasi risinoleat juga telah dikaji secara kualitatif dengan dehidrator difosforpentaoksida ( $P_2O_5$ ) [39], serta



pengoptimalan efisiensi dehidrator, katalisator dan kondisi reaksi [38] dan dehidrasi Asam fosfat namun hasilnya belum optimal dengan konversi reaksi maksimum hanya sekitar 50% [40], padahal dalam minyak jarak dapat mengandung linoleat alami hingga 16% [39, 50 - 54]. Penggunaan zeolit seperti *molecular sieve* [66] dan *bentonit* dengan katalis asam [65] juga telah dilakukan namun hasil karakterisasi produk DCO tidak sesuai dengan kriteria SNI karena terjadi reaksi samping polimerisasi, autooksidasi dan hidrolisis. Kajian kinetik juga telah dilakukan yang menyimpulkan bahwa dehidrasi risinoleat dapat menghasilkan CLA hingga 70% [37-38]. Untuk keperluan industri khususnya untuk pelumas juga telah dilakukan dehidrasi dengan Natrium bisulfit [63 -64] yang tentu saja kriterianya lebih lunak dibanding untuk keperluan konsumsi. Transformasi linoleat menjadi CLA juga telah dilakukan dengan teknologi fermentasi tetapi perlu penanganan khusus dengan biaya yang relatif mahal [45].

Identifikasi dilakukan dengan pengukuran parameter kimia yaitu kadar asam lemak bebas (ALB/FFA), bilangan Iodium dan bilangan hidroksida minyak jarak dan DCO dilakukan dengan metode titrasi [7,9]. Analisis terhadap komposisi minyak jarak yang digunakan dilakukan dengan Kromatografi Gas Spektroskopi Massa (GS - MS). Analisis terhadap komposisi asam lemak penyusun lemak telah banyak dilakukan yaitu dengan merubah lemak menjadi *FAME (Fatty Acid Methyl Esthers)* yaitu dengan mereaksikan lemak dengan NaOH - Metanol. Tujuan derivatisasi ini adalah untuk menurunkan titik didih sehingga dapat dianalisis dengan Kromatografi ataupun GC-MS [4,36,39,51,77,79]. Selanjutnya sifat spektroskopi IR dari komponen penyusun minyak jarak juga ditentukan terutama untuk memantau kesempurnaan reaksi melalui identifikasi bilangan gelombang gugus alkena ( $C = C$ )

dan hidroksida (-OH) yang dibandingkan dengan minyak jarak. Analisis komposisi DCO dilakukan dengan GC – MS kolom kapiler karena perbedaan sifat kepolaran linoleat ( $n_D^{20} = 1,46$ ) dan linoleat terkonjugasi yang rendah (hanya berbeda pada susunan ikatan rangkap), sehingga dengan kolom kapiler yang relatif panjang diperoleh pemisahan (resolusi) yang baik [47, 59-60, 82-86].



## BAB III

### TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

#### 3.1. Tujuan Penelitian.

Tujuan penelitian ini sesuai dengan butir-butir yang telah dikemukakan pada permasalahan masalah adalah sebagai berikut:

1. Menentukan parameter kimia berupa : kadar ALB/FFA, bilangan Iodium dan bilangan hidroksida minyak jarak (Castor Oil) yang digunakan sebagai bahan awal (sampel) untuk reaksi dehidrasi dengan cara titrasi (volumetri).
2. Menentukan kadar risinoleat minyak jarak (Castor Oil) yang digunakan sebagai bahan awal (sampel) untuk reaksi dehidrasi dengan GC-MS dan berdasarkan sifat spektroskopi IRnya.
3. Melakukan reaksi dehidrasi risinoleat minyak jarak menjadi linoleat (omega-6) dan linoleat terkonjugasi dengan melakukan dehidrasi dengan berbagai dehidrator ( $P_2O_5$ ,  $K_2CO_3$ ,  $H_3PO_4$ ,  $NaHSO_4$ ,  $Al_2O_3$ , *molekular sieve* dan Bentonit aktivasi  $450^\circ C$  - katalis HCl) pada kondisi reaksi yang identik yaitu perbandingan mol 1:1, suhu refluks  $150^\circ C$  selama 2 jam.
4. Menentukan dehidrator yang paling optimal (kemosелеktif) dengan membandingkan parameter kimia berupa : kadar ALB/FFA, bilangan Iodium, bilangan hidroksida antara minyak jarak dengan hasil dehidrasi (*Dehydrated Castor Oil = DCO*) sesuai dengan tujuan nomor 3.
5. Menentukan kondisi optimal reaksi dehidrasi dengan dehidrator yang paling optimal (sesuai tujuan nomor 4) dengan memvariasi jumlah dehidrator (3g, 5g dan 7g), suhu (suhu kamar,  $100^\circ C$  dan  $150^\circ C$ ) dan waktu dehidrasi (2 jam; 2,5 jam; 3 jam; dan 3,5 jam). Kondisi optimal diperoleh dengan



menentukan parameter kimia berupa kadar ALKALIA (perubahan paling kecil) bilangan iodium (kenaikan paling besar) dan sifat spektroskopi IR

berdasarkan intensitas serapan pertambahan ikatan rangkap ( $C=C$ ) dengan bilangan gelombang sekitar 1600  $cm^{-1}$  dan penurunan intensitas serapan hidroksida (-OH) dengan bilangan gelombang sekitar 3400  $cm^{-1}$ .

6. Menentukan penurunan kadar risinoleat dan kenaikan kadar linoleat (omega-6) dan asam linoleat terkonjugasi (CLA) hasil dehidrasi dengan dehidrator dan kondisi paling optimal menjadi (*Dehydrated Castor Oil = DCO*). Kadar ditentukan dengan alat GC-MS yang dibandingkan dengan komposisi komponen penyusun minyak jarak (sesuai dengan tujuan nomor 2).
7. Mempublikasikan hasil penelitian pada Jurnal Nasional terakreditasi paling lambat satu tahun setelah penelitian selesai dilaksanakan.

### 3. 2. Manfaat Penelitian.

Manfaat atau kontribusi yang diharapkan dari penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Pengembangan suatu metode kimia sintetik yaitu mentransformasi suatu minyak yang tidak dikonsumsi (*non edible oil*) dalam hal ini minyak jarak menjadi minyak yang dapat dikonsumsi (*edible oil*). Hal ini dilakukan dengan cara mentransformasi komponen utama minyak jarak yaitu risinoleat yang tidak esensial menjadi linoleat (omega - 6) dan linoleat terkonjugasi (CLA) yang sangat esensial.

2. Diharapkan hasil penelitian ini merupakan dasar (*basic*) untuk studi pengolahan minyak jarak (*castor oil*) menjadi sumber linoleat ( $\omega 6$ )

dan linoleat terkonjugasi (CLA) yang relatif murah, berkadar tinggi dan terbarukan (*renewable*).

3. Hasil penelitian juga diharapkan sebagai suatu model pengolahan minyak non konsumsi (*non edible oil*) menjadi minyak untuk konsumsi (*edible oil*) dan

menjadi acuan untuk penelitian lanjutan dan penelitian baru yang bertujuan mengolah minyak jarak secara khusus dan minyak non konsumsi lain secara umum menjadi minyak atau lemak konsumsi.

4. Keberhasilan penelitian ini juga diharapkan berkontribusi untuk menaikkan

nilai ekonomis minyak jarak secara khusus dan tanaman jarak (*Ricinus com unis Linn*) secara umum yang pembudidayaannya relatif mudah namun sejauh ini potensinya belum dikaji secara optimal dan mendalam.



## BAB IV METODE PENELITIAN

### 4.1. Tempat Dan Waktu Penelitian.

Penelitian adalah bersifat eksperimental yang dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Negeri Medan (UNIMED) dan analisis dengan GC-MS dilakukan di Universitas Pendidikan Indonesia (UPI) Bandung, dengan keseluruhan waktu 12 bulan (1 tahun). Penelitian laboratorium dilakukan selama 5 bulan yaitu antara bulan Maret - Juli 2008.

### 4.2. Alat dan Bahan.

#### 4.2.1. Peralatan.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah berbagai alat gelas, satu set alat titras, satu set alat refluks, oven untuk aktivasi, piknometer, evaporator, spektroskopi IR, Alat Kromatografi gas dan Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa (GC-MS).

#### 4.2.2. Bahan Kimia Habis Pakai.

Bahan Kimia habis pakai yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan standar yaitu NaOH, KHPtalat,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{KIO}_3$  dan KI, pelarut yaitu petroleum benzin (pe), metanol dan etanol; pereaksi transesterifikasi logam Na-Metanol (Na-Metoksida); dehidrator yaitu:  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{NaHSO}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , molekul ar sieve dan bentonit; HCl,  $\text{NaHCO}_3$ , gliserol, serbuk logam Cu sebagai anti polimerisasi, anhidrida asetat, reagen penentuan kadar ALB/FFA, reagen Wijs untuk menentukan bilangan Iodium, akuades dan pH universal.



#### 4.3. Prosedur Penelitian

Jalannya penelitian yaitu berupa tahapan prosedur berupa pembuatan larutan standar dan standarisasinya. Karakterisasi minyak jarak dan DCO. Penetapan komposisi kimia sifat spektroskopi IR adalah sebagai berikut.

##### 4.3.1. Pembuatan Larutan Standar.

###### 4.3.1.1. Larutan NaOH 0,1 N

Ditimbang 0,3999 gr NaOH, kemudian dilarutkan menjadi 100 ml dengan labu takar. Selanjutnya dilakukan standarisasi dengan Kalium hydrogen Ptalat (KHP) dengan tiga kali pengulangan.

$$N \text{ NaOH} = \frac{\text{g KH Ptalat}}{0,2042 \times \text{ml NaOH}}$$

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

Ditimbang 15,85 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan menjadi 1l dengan labu takar. Selanjutnya standarisasi dilakukan dengan 0,01 g  $\text{KIO}_3$  yang dilarutkan dalam 50 ml akuades. Selanjutnya ditimbang 0,2 g KI, dan dititrasi dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  yang telah dibuat hingga warna kuning muda. Selanjutnya ditetesi dengan indikator kanji 2% hingga warna kuning jernih dengan tiga kali pengulangan.

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

#### 4.3.2. Karakterisasi Minyak Jarak.

Letupan fisik yang ditentukan adalah warna dengan pengamatan langsung, berat jenis, bi) dengan piknometer dan kelarutan dalam alkohol metanol. Hal ini adalah prosedur untuk menentukan parameter kimia minyak jarak dan hasil dehidrasi ( $H_2O$ ).

##### 4.3.2.1. Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (ALB/FFA).

Sebanyak 0,5 g minyak jarak diberi 50 ml etanol dan dua tetes indikator pp. Selanjutnya dititrasi dengan NaOH 0,1 N hasil standarisasi dengan Asam oksalat hingga muncul warna merah jambu sangat muda dengan tiga kali pengulangan.

Kadar (%) asam lemak bebas (ALB/FFA) dihitung dengan persamaan.

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

##### 4.3.2.2. Penetapan Bilangan Iodium (Metode Wijs).

Sebanyak 0,5 g sampel dimasukkan dalam Erlenmeyer, kemudian ditambah 10 ml kloroform dan 25 ml pereaksi Wijs. Dibiarkan selama 30 menit dalam ruang gelap sambil dikocok, kemudian ditambah KI 10 % dan dikocok. Selanjutnya ditambah 10 ml akuades dan dititrasi dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  hasil standarisasi hingga warna kuning pucat. Sesudah diberi indikator kanji 2 % titrasi dilanjutkan hingga warna biru hilang dengan tiga kali pengulangan. Sebagai koreksi dilakukan titrasi blanko (tanpa minyak jarak) dan bilangan Iodium (mg/g) dihitung dengan persamaan.

$$\text{Bil Iodium} = \frac{[\text{ml titrasi blanko} - \text{ml titrasi } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3] \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 12,70}{\text{Berat sampel}}$$

#### 4.3.2.3. Penentuan Bilangan Hidroksida.

Sebanyak 0,5 g sampel dimasukkan ke dalam tabung refluks, ditambah 1 ml anhidrida asetat (reagen pengasilasi). Selanjutnya labu dihubungkan dengan pendingin dan dipanaskan pada suhu 100°C selama 2 jam kemudian didinginkan pada temperatur kamar, ditambah 10 ml akuades dibiarkan selama 24 jam dalam keadaan tertutup. Selanjutnya dititrasi dengan NaOH yang sudah distandarisasi dengan indikator pp dan sebagai pembanding dilakukan titrasi blanko. Bilangan hidroksida (mg/g) ditentukan dengan persamaan berikut.

$$\text{Bilangan OH} = \frac{[\text{ml titrasi blanko} - \text{ml titrasi sampel}] \times N \text{ NaOH} \times 56,1}{\text{Berat sampel}}$$

#### 4.3.3. Penentuan Komposisi Minyak Jarak.

Sebanyak 25 ml minyak jarak dicampur dengan 25 ml Na-OMe (dibuat tersendiri ketika akan digunakan) dalam refluks dengan perbandingan mol (logam Na-metanol/minyak jarak) sekitar 3 : 1. Selanjutnya dilakukan refluks pada suhu 60 - 90°C selama setengah jam. Hasil refluks didinginkan dan lapisan metil ester asam lemak (*Fatty Acid Methyl esthers* = *FAME*) diambil dan dinetralkan dengan akuades yang dipantau dengan indikator pH universal. Setelah netral dikeringkan dengan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrus dan komposisinya dianalisis dengan alat GC dan GC-MS.



### 4.3.4. Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak Menjadi DCO.

#### 4.3.4.1. Optimasi Dehidrator.

Ke dalam labu alas bulat 100 ml leher tiga ditambahkan 25 ml minyak jarak yang dilengkapi dengan pengaduk magnet (250 rpm), pendingin dan pemanas minyak (gliserin). Selanjutnya ditambahkan sekitar 1g serbuk logam Cu sebagai antioksidasi dan refluks dilakukan pada kondisi yang identik (suhu 150°C, waktu refluks 2 jam dan jumlah mol dehidrator : 1 dengan minyak jarak) dengan variasi dehidrator yang dikaji ( $P_2O_5$ ,  $K_2CO_3$ ,  $H_3PO_4$ ,  $Na_2SO_4$ ,  $Al_2O_3$ , molekular sieve dan bentonit yang diaktivasi pada suhu 450°C dengan katalis HCl). Setiap hasil dehidrasi ditentukan parameter kimia berupa : kadar ALB/FFA, bilangan Iodium dan bilangan hidroksida (analog dengan prosedur 4.3.2). Berdasarkan analisis perbandingan ketiga parameter tersebut antara minyak jarak dan hasil dehidrasi maka ditentukan *dehidrator yang paling optimal*.

#### 4.3.4.2. Optimasi Kondisi Reaksi Dehidrasi.

Selanjutnya dehidrator yang paling optimal dalam hal ini adalah  $P_2O_5$  (diperoleh dari prosedur 4.3.1) ditentukan kondisi reaksi optimalnya dengan variasi jumlah (3g, 5g dan 7g), variasi waktu (2 jam, 2,5jam, 3 jam dan 3,5) dan variasi suhu (suhu kamar, 100°C dan 150°C) refluks. Setiap hasil dehidrasi ditentukan parameter kimia berupa : kadar ALB/FFA dan bilangan Iodium (prosedur 4.3.2). Berdasarkan perbandingan kedua parameter tersebut yang dibandingkan antara minyak jarak dan hasil dehidrasi maka ditentukan *kondisi reaksi dehidrasi yang paling optimal*. Selanjutnya ditentukan sifat spektroskopi IR dan komposisi hasil dehidrasi (DCO) dengan GC-MS sebagai pendukung kondisi reaksi paling optimal (transesterifikasi analog dengan prosedur 4.3.3). Berdasarkan spektra IR disimpulkan perubahan intensitas serapan gugus alkena (C=C) dan hidroksi (-OH), sedangkan dari kromatogram ditentukan penurunan kadar risinoleat dan kenaikan kadar linoleat (omega 6) dan linoleat terkonjugasi (CLA).

## BAB V HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

### 5.1. Karakterisasi Minyak Jarak

Minyak jarak (castor oil) yang digunakan sebagai bahan dehidrasi adalah yang telah dimurnikan (*refined ricinus castor oil*) dengan sifat fisik sebagai berikut: warna kuning bening, bau khas biji jarak, berat jenis sebesar 0,951 g/ml (Standar Nasional Indonesia /SNI : 0,957 - 0,963 g/ml), larut sempurna dalam metanol (sesuai dengan SNI). Karakteristik (parameter kimia) dari minyak jarak yang ditentukan dengan metode titrasi (volumetri) adalah sebagai berikut.

#### 5.1.1. Kadar Asam Lemak Bebas

Kadar asam lemak bebas (*ALB*) atau *Free Fatty Acid (FFA)* minyak jarak menurut baku mutu Standar Nasional Indonesia (SNI) maksimum adalah 2%. Dalam penelitian ini kadar ALB/FFA ditentukan dengan metode titrasi alkalimetri dengan larutan standar NaOH 0,1 N. Karena NaOH adalah merupakan standar sekunder maka sebelum digunakan sebagai titran dilakukan titrasi dengan standar primer Kalium Hidrogen Ptalat (KHP). Dari hasil standarisasi diperoleh bahwa NaOH adalah 0,9777 N (perhitungan standarisasi pada Lampiran Ia).

Selanjutnya NaOH hasil standarisasi digunakan untuk menentukan kadar asam lemak bebas (ALB/FFA) minyak jarak yang digunakan pada penelitian ini dengan hasil seperti yang disajikan pada tabel 5.1 berikut ini.

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

Ulangan	Berat minyak jarak (gram)	Kadar ALB/FFA (%)
	0,503	1,820
	0,507	1,925
	0,502	1,825
	Rata-rata	1,855

Berdasarkan tabel 5.1 di atas maka kadar ALB/FFA minyak jarak yang digunakan adalah 1.855 %. Bila dibandingkan dengan SNI yaitu maksimum 2% maka minyak jarak mempunyai mutu yang baik. Kadar ALB/FFA adalah merupakan ukuran kuantitatif tingkat hidrolisis minyak/lemak menjadi asam lemak bebas penyusunnya. Bila kadar ALB/FFA makin tinggi maka kadar asam lemak bebasnya makin tinggi yang berarti mutunya makin tidak baik karena yang diharapkan adalah dalam bentuk trigliseridanya. Parameter kadar ALB/FFA adalah merupakan indikator apakah terjadi reaksi samping berupa hidrolisis risinoleat dan komponen minyak jarak yang lain pada waktu dilakukan reaksi dehidrasi pada risinoleat. Reaksi hidrolisis ini akan berlangsung lebih cepat bila kondisi reaksinya dalam suasana asam dan dengan suhu yang relatif tinggi.

### 5.1.2. Bilangan Iodium.

Bilangan Iodium juga ditentukan dengan cara titrasi (volumetri) yaitu dengan cara Iodo/Iodimetri dengan standar Natrium Tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ). Karena tiosulfat juga merupakan standar sekunder maka terlebih dahulu dititrasi dengan standar primer  $\text{KIO}_3/\text{KI}$ . Dari hasil standarisasi diperoleh Tiosulfat adalah 0.0849 N (perhitungan standarisasi pada Lampiran 1b) dengan hasil bilangan Iodium disajikan pada tabel 5.2 berikut ini.



Tabel 5.2: Bilangan Iodium Minyak Jarak

Ulangan	Berat Minyak jarak (gr)	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0.208	49.860
2	0.204	50.010
3	0.206	49.750
	Rata-rata	49.860

Berlasarkan tabel 5.2 di atas maka bilangan Iodium minyak jarak adalah 49.860 mg g. Bilangan Iodium adalah merupakan ukuran jumlah ketidak jenuhan (jumlah ikatan rangkap). Bila bilangan Iodium makin besar berarti ketidak jenuhan makin besa (jumlah ikatan rangkap makin banyak). Bilangan Iodium minyak jarak relatif rendah karena komponen utamanya yaitu risinoleat hanya mengandung satu ikatan rangkap (C<sub>1</sub>). Kenaikan Bilangan Iodium adalah salah satu parameter utama untuk melihat sejauh mana keberhasilan (konversi) reaksi dehidrasi risinoleatnya. Reaksi yang ideal adalah bila bilangan Iodium hasil dehidrasi naik sekitar dua kali dibandingkan dengan minyak jarak, karena reaksi dehidrasi akan menghasilkan satu tambahan ikatan rangkap.

### 5.1.3. Bilangan Hidroksida.

Bilangan hidroksida adalah merupakan ukuran kuantitas dari gugus hidroksida (-OH) dalam suatu bahan (sampel). Komponen utama minyak jarak adalah risinoleat yang mengandung gugus -OH pada C-12. Penentuan bilangan hidroksida adalah dengan metode titrasi tidak langsung secara alkalimetri (standar NaOH). Risinoleat diesterifikasi dengan anhidrida asetat berlebihan dan sisa anhidrida dititasi dengan NaOH hasil standarisasi (NaOH 0,9777 N). Besarnya bilangan hidroksida adalah ekivalen dengan anhidrida asetat yang bereaksi yaitu selisih

antara alkohol yang ditambahkan dengan anhidrida kalsium yang sebelumnya disiapkan seperti pada tabel 5.3 berikut:

Tabel 5.3 : Bilangan Hidroksida Minyak Jarak.

Bilangan	Berat minyak jarak (gr)	Bilangan hidroksida (mg/g)
1	0,5085	28,28
2	0,4997	28,30
3	0,5086	28,26
<b>Rata - rata</b>		<b>28,27</b>

Paran eter bilangan hidroksida juga adalah merupakan salah satu indikator utama untuk melihat keberhasilan reaksi dehidrasi risinoleat. Dehidrasi adalah eliminasi molekul air (H-OH) dari risinoleat, maka dehidrasi yang ideal adalah bila pada hasil dehidrasi risinoleat (DCO) bilangan hidroksidanya adalah nol atau tidak memunculkan lagi serapan (-OH) yang lebar dengan bilangan gelombang sekitar  $3400\text{ cm}^{-1}$  pada spektra IR hasil dehidrasi.

## 5. 2. Komposisi Dan Sifat Spektroskopi IR Minyak Jarak.

### 5. 2. 1. Komposisi Penyusun Minyak Jarak .

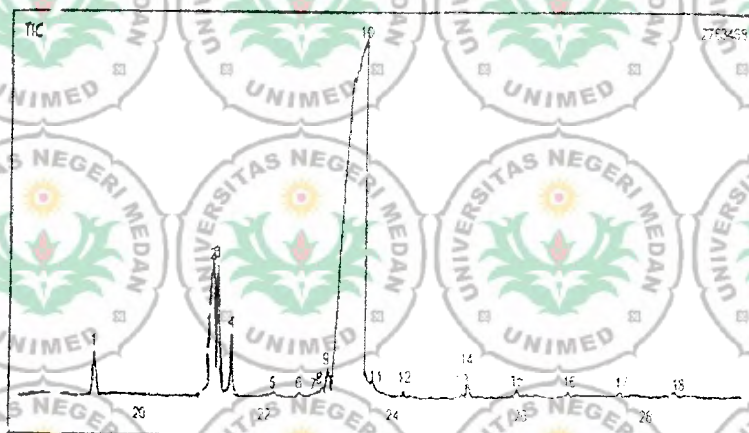
Komposisi dan kadar asam lemak penyusun minyak jarak ditentukan dengan alat Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa (GC – MS). Karena lemak mempunyai titik didih yang relatif tinggi maka dilakukan metode derivatisasi minyak menjadi metil ester asam lemak (**FAME = Fatty Acid Methyl Esters**) dengan Na-metoksida agar titik didihnya turun sehingga dapat dianalisis dengan alat GC – MS.

Basa (nukleofil) Na-metoksida dibuat dengan cara mereaksikan logam Na dengan metano absolut yang mengikuti persamaan berikut.



Pembentukan Na-metoksida telah sempurna apabila tidak terjadi lagi gelembung gas dan selanjutnya nukleofil digunakan untuk transesterifikasi minyak jarak.

Hasil transesterifikasi dianalisis dengan GC-MS merek Shimadzu QP2010 dengan kondisi alat: kolom Rtx-5 ms panjang 30 meter, gas pembawa Helium (11c) 10 Kpa, suhu kolom 100-280°C (kenaikan 1°C/menit), Split injektor 1:60 (Suhu 300°C) dan Detektor MS 280°C Electron Impact 70 eV dan kromatogramnya adalah seperti gambar 5.1 berikut ini.



Gambar 5.1 : Kromatogram FAME minyak jarak

Komposisi komponen penyusun minyak jarak yang digunakan sebagai bahan untuk dehidrasi risinoleat adalah seperti pada tabel 5.4 berikut ini (Library database struktur pada Lampiran 2).

Tabel 5.4 : Komposisi komponen penyusun minyak jarak.

Puncak	Waktu retensi ( $t_R$ = menit)	BM (g/mol)	Kadar (%)	Komponen
1	19,292	270	0,92	Palmitat
2	21,200	294	5,56	Linoleat
3	21,267	296	4,07	Oktadekanat
4	21,492	296	1,32	Stearat
5	23,589	312	85,06	Risinoleat



Berdasarkan tabel 5.5 di atas maka komponen utama penyusun minyak jarak adalah risinoleat dengan kadar 85,00%. Kadar asam lemak pada sampel minyak jarak juga cukup tinggi yaitu 5,56% sehingga bila dilakukan hidrogenasi terhadap risinoleat akan menaikkan kadar linoleat atau omega 6, disamping akan terbentuk produk lain yang lebih dominan yaitu linoleat terkonjugasi (*Conjugated linoleic Acid = CLA*). Berat Molekul pada tabel tersebut di atas adalah dalam bentuk metil ester asam lemak (FAME). Asam risinoleat adalah merupakan komponen utama penyusun minyak jarak yang dapat mencapai kadar 90% [7, 53]. Komposisi minyak jarak masih bervariasi baik dari segi komponen penyusunnya maupun persentasinya terutama disebabkan oleh faktor geografis atau daerah asal minyak jarak tersebut, namun selalu komponen utamanya adalah risinoleat. Sebagai contoh adalah minyak jarak dari Nanggroe Aceh Darussalam mempunyai komposisi : 87% risinoleat, 7% oleat, 3% linoleat 1% stearat dan sisanya adalah trihidroksi stearat [53].

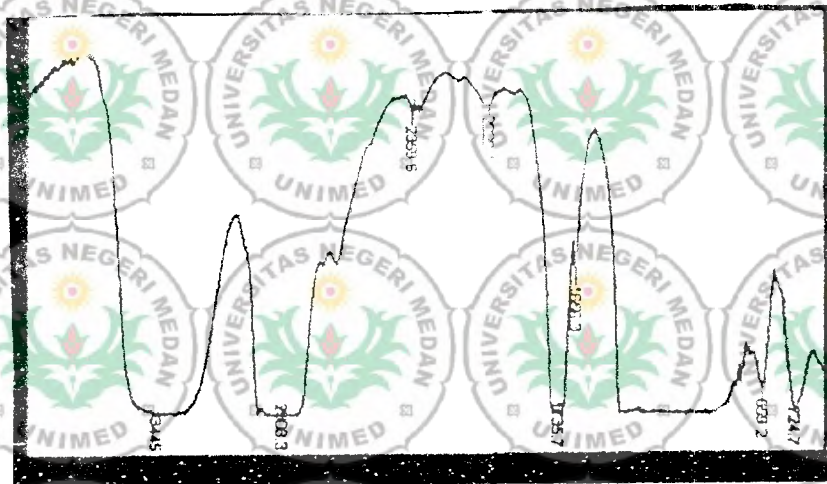
### 5.2.2. Sifat Spektroskopi IR minyak jarak.

Secara umum sifat spektroskopi IR dari minyak atau lemak adalah serapan karbonil (C=O) dari trigliserida yaitu pada bilangan gelombang sekitar  $1700\text{ cm}^{-1}$ . Komponen minyak jarak mempunyai komponen utama risinoleat yang mengandung gugus (-OH) pada C-12, maka secara spesifik sifat spektroskopi IR minyak jarak akan memunculkan serapan (-OH) yang lebar dengan intensitas tinggi pada bilangan gelombang sekitar  $3400\text{ cm}^{-1}$ . Serapan ini tidak muncul pada spektra IR minyak atau lemak secara umum karena walaupun terdapat asam lemak bebas (FFA) namun kadarnya sangat rendah sehingga serapannya tidak terdeteksi. Sifat spektra IR dari

Bila data bilangan Iodium ini dikonsultasikan dengan harga kadar ALB/FA maka akan kontradiktif sehingga belum diperoleh rekomendasi yang spesifik untuk kondisi optimal reaksi dehidrasi risinoleat dengan dehidrator  $P_2O_5$ . Untuk itu, jumlah data kadar ALB/FA dan bilangan Iodium yang diperoleh direkomendasikan sebagai data awal untuk pengkajian lebih mendalam tentang optimasi reaksi dehidrasi risinoleat secara umum dan secara khusus dehidrasi dengan  $P_2O_5$ .

### 5.3.3. Sifat Spektroskopi IR dan Komposisi Komponen Penyusun Hasil Dehidrasi Dengan $P_2O_5$ .

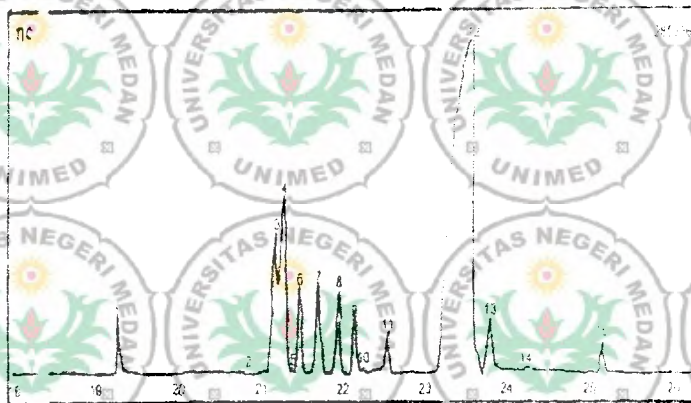
Spektra IR hasil dehidrasi yang dibandingkan dengan spektra IR minyak jarak awal dapat digunakan sebagai indikator (petunjuk) seberapa jauh reaksi dehidrasi berlangsung. Spektra IR hasil dehidrasi  $P_2O_5$  yang paling optimal berdasarkan hasil percobaan ( $P_2O_5$  7 gram, suhu refluks  $150^\circ\text{C}$  dan waktu refluks 3,5 jam) adalah seperti gambar 5.6 berikut ini.



Gambar 5.6 Spektra IR hasil dehidrasi dengan  $P_2O_5$  7 gram, suhu refluks  $150^\circ\text{C}$  dan waktu refluks 3,5 jam

Seperti yang telah dikemukakan di muka, maka hasil yang diperoleh adalah tidak memunculkan lagi serapan gugus (-OH) pada bilangan gelombang sekitar  $3400\text{ cm}^{-1}$ . Pada spektrum hasil Gambar 5.6 di atas, maka gugus (-OH) masih ditandai dengan intensitas yang tinggi pada  $3445\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini mengindikasikan masih banyak risinoleat yang belum mengalami dehidrasi menjadi tonoleat ( $\text{C}_{19}$ ) dan linoleat terkonjugasi (CLA). Namun, pertambahan ikatan rangkap nampak jelas dengan munculnya serapan dengan intensitas yang relatif rendah pada bilangan gelombang  $1666,3\text{ cm}^{-1}$ .

Untuk melihat secara kuantitatif konversi risinoleat minyak jarak maka dilakukan analisis komponen penyusun hasil dehidrasi dengan  $\text{P}_2\text{O}_5$  7g suhu refluks  $150^\circ\text{C}$  dan waktu refluks 3,5 jam dengan kondisi analisis yang identik dengan analisis komposisi minyak jarak (Bab 5.2.1). Kromatogramnya disajikan pada Gambar 5.7 berikut ini.



Gambar 5.7: Kromatogram hasil dehidrasi dengan  $\text{P}_2\text{O}_5$  7 gram, suhu refluks  $150^\circ\text{C}$  dan waktu refluks 3,5 jam



Dari Gambar 5.7 maka diperoleh komposisi komponen penyusun hasil dehidrasi adalah seperti Tabel 5.8 berikut ini (Database Library untuk struktur pada Lampiran 3).

Tabel 5.8 : Komposisi hasil dehidrasi dengan  $P_2O_5$  7 g, suhu refluks  $150^{\circ}C$  dan waktu refluks 3,5 jam.

Puncak	Waktu retensi ( $t_R$ = menit)	BM (g/mol)	Kadar (%)	Komponen
	19,267	270	1,58	Palmitat
	21,292	294	23,03	Linoleat
	21,392	322	0,05	Eikosadekanoat
	21,483	298	0,76	Oktadekanoat
	22,258	296	0,11	Oleat
	21,477	298	1,58	Stearat
	23,608	312	70,93	Risinoleat

Dari tabel 5.8 di atas maka kadar risinoleat adalah 70,93 % dan kadar linoleat 23,03 %. Bila data ini dibandingkan dengan kadar komposisi minyak jarak (Tabel 5.4) dimana kadar risinoleat adalah 85,06 % dan kadar linoleat 5,56%, maka risinoleat mengalami penurunan kadar 14,13% dan linoleat mengalami kenaikan kadar 17,47%. Dengan demikian hal ini mengindikasikan reaksi dehidrasi risinoleat telah berlangsung karena kadar linoleat bertambah dan kadar risinoleat menurun walaupun naik turunnya tidak linier.

Linoleat atau omega-6 dan linoleat terkonjugasi (CLA) mempunyai sifat fisik dan kimia yang hampir sama karena keduanya adalah isomer yang hanya berbeda posisi ikatan rangkap, sehingga bila dianalisis dengan Kromatografi Gas – Spektroskopi Massa (GC – MS) akan memunculkan satu puncak. Dengan demikian pertambahan kadar bukan semata – mata pertambahan kadar linoleat atau omega-6, tetapi juga pertambahan kadar linoleat terkonjugasi (CLA).

Untuk penelitian lanjut secara spesifik perlu diteliti metode kromatografi yang spesifik dan memberikan resolusi yang baik antara linoleat dan isomer linoleat terkonjugasi. Sejalan dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCT) [70] Hiron silver [73]. Ion silver ( $Ag^+$ ) akan berinteraksi secara koordinasi yang reversibel dengan ikatan rangkap dan kekuatan interaksi ini sebanding dengan jumlah ikatan rangkap dan isomer trans. Kenaikan ikatan rangkap akan memperkuat interaksi dan isomer trans juga akan memperkuat interaksi sehingga ditahan lebih lama oleh fasa diam dan akan diperoleh resolusi yang baik dengan GC-MS. Metode lain adalah dengan menaikan HEPT dari Kromatografi Gas yaitu dengan menggunakan kolom kapiler yang relatif panjang (50 – 100 m) agar diperoleh konstanta distribusi ( $K'$ ) yang besar dan akan menghasilkan resolusi yang baik [59, 71-72, 74-75, 86].

Secara umum baik optimasi dehidrator maupun kondisi optimal reaksi dehidrasi risinoleat minyak jarak (castor oil) menjadi linoleat dan linoleat terkonjugasi (CLA) belum mendapatkan produk yang optimal. Beberapa temuan yang diperoleh adalah bahwa dehidrator yang digunakan sebaiknya tidak bersifat asam untuk mencegah stimulasi reaksi samping hidrolisis risinoleat dan lemak lainnya menjadi asam lemak bebas (ALB/FA). Penggunaan dehidrator yang bersifat oksidator sebaiknya juga dihindari untuk mencegah terjadinya reaksi oksidasi ikatan rangkap (tidak jenuh) dari risinoleat dan komponen tidak jenuh lainnya. Penggunaan serbuk Cu sebagai anti polimerisasi sejauh ini sangat efektif karena dari hasil terutama pada suhu yang tinggi tidak menyebabkan reaksi samping polimerisasi.

Dari hasil dehidrasi dengan variasi dehidrator ( $P_2O_5$ ,  $K_2CO_3$ ,  $H_3PO_4$ ,  $NaHSO_4$ ,  $Al_2O_3$ , *molekular sieve* dan bentonit aktivasi  $450^\circ C$  – katalis HCl) maka dari hasil pengamatan terhadap kadar ALB, bilangan Iodium dan bilangan hidroksida

mengindikasikan bahwa dehidrator yang paling optimal adalah  $P_2O_5$ . Dehidrator ini tidak menyebabkan kenaikan kadar ALB/EFA yang signifikan (1,855 % untuk minyak jarak dan 2,139 % untuk hasil dehidrasi). Jumlah bilangan Iodium paling besar yaitu dari 49,860 mg/g untuk minyak jarak menjadi 63,090 mg/g untuk hasil dehidrasi dan penurunan bilangan hidoksida paling besar yaitu dari 28,27 mg/g untuk minyak jarak menjadi 17,75% untuk hasil dehidrasi.

Selanjutnya optimasi kondisi dehidrasi dengan  $P_2O_5$  juga belum memberikan hasil yang maksimal dibandingkan dengan hasil yang ideal. Beberapa temuan yang didapatkan pada kajian optimasi kondisi reaksi ini adalah bahwa variasi jumlah dehidrator tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap perubahan kadar ALB/EFA. Selanjutnya walaupun kenaikan suhu dan lama reaksi mengindikasikan kenaikan bilangan Iodium namun pertambahannya untuk tiap variabel adalah fluktuatif (tidak teratur).

Berdasarkan keterangan di atas maka direkomendasikan adalah bahwa reaksi dehidrasi riinoleat sebaiknya dilakukan : (1) dengan dehidrator bersifat basa atau netral, (2) dengan dehidrator yang tidak bersifat sebagai oksidator, (3) jumlah stoikiometri : 1, (4) waktu refluks maksimum 3,5 jam, dan (5) Suhu reaksi yang tidak terlalu tinggi (100 – 150°C). Beberapa hal yang perlu peneliti kaji lebih lanjut adalah memvariasi suhu yang lebih tinggi dengan kondisi nitrogen untuk mencegah reaksi samping, dan untuk menarik produk eliminasi ( $H_2O$ ), sehingga tidak terjadi reaksi balik (reversibel) berupa reaksi hidrasi atau adisi air.



Lampiran 1: Standarisasi NaOH 0,1 N dan Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,1 N

a. Standarisasi NaOH 0,1 N

Ulangan	Berat KHP (g)	ml NaOH	N NaOH
1	0,5023	25,00	0,0983
2	0,5013	25,20	0,0974
3	0,5075	25,45	0,0865
	Rata-rata		0,0977

g KHP

Persamaan : N NaOH =

$$0,2042 \times \text{ml NaOH}$$

b. Standarisasi Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,1 N

Ulangan	Berat KIO <sub>3</sub> (g)	ml Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	N Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1	0,0012	3,70	0,0772
2	0,0104	3,20	0,0910
3	0,0102	3,30	0,0865
	Rata-rata		0,0849

g KIO<sub>3</sub>

Persamaan : N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> =

$$0,0375 \times \text{ml Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

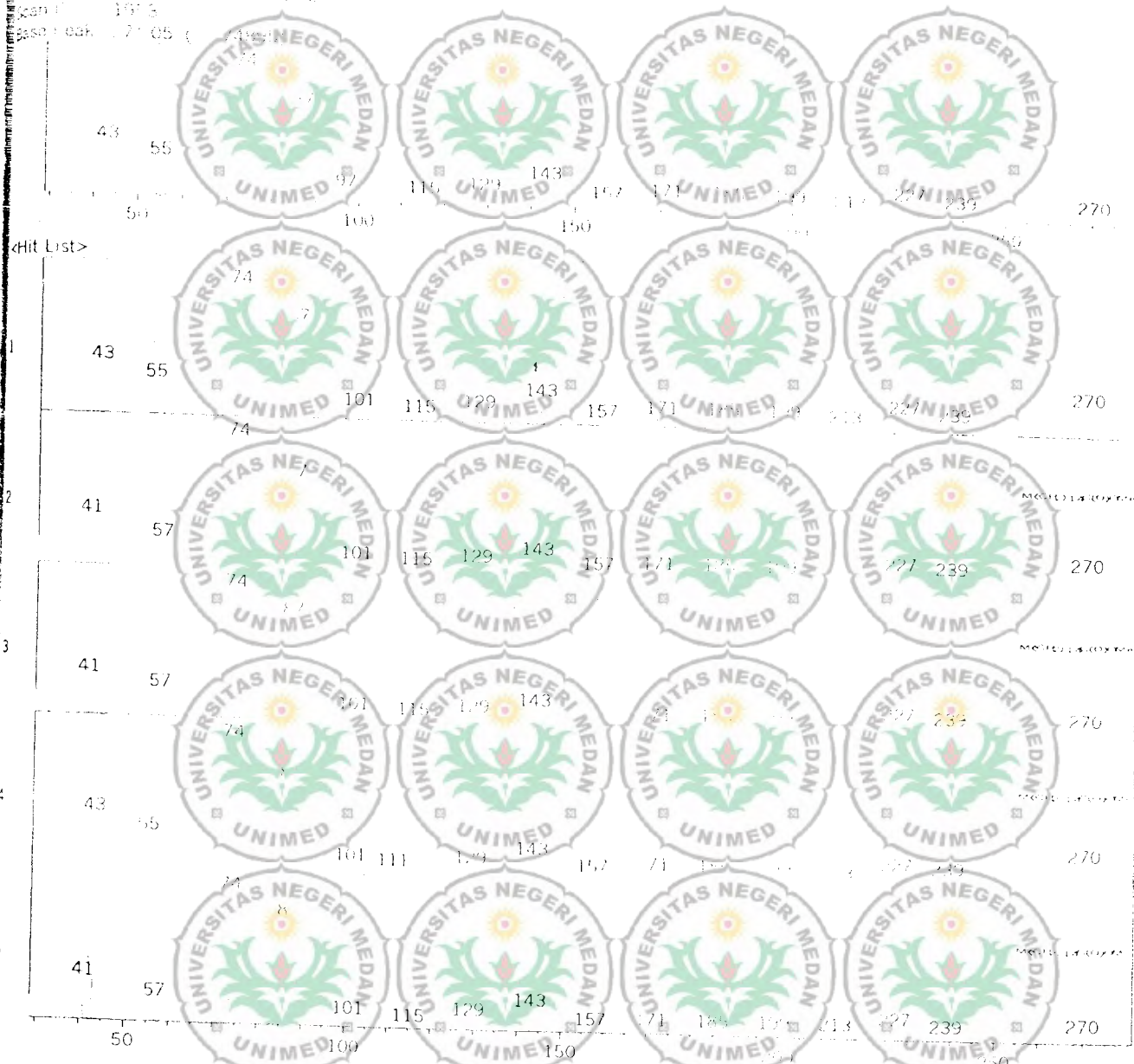
**Lampiran 1 : Database Library struktur minyak jarak**

CLASS 5000 \*\*\* Report No. = 1 Data : M JAWAB DIT. 18/11/2019  
 Sample : MINYAK JARAK  
 Date : 20/2-10/320/2  
 Sample Volume : 0.2  
 Dilution Factor : 0  
 Type : Unknown  
 Operator : SURANI  
 Method Name : KADAR OLEFI  
 Trial No. : 0  
 Barcode :

\*\*\* Peak Report \*\*\*

PKNO	RT	In Time	F Time	Area	Height	LA/H(sec)	NK %	Total	Name
1	19.25	19.183	19.325	587599	217113	2.701	0.92		
2	21.16	21.008	21.200	3549729	86340	4.111	5.56		
3	21.22	21.200	21.333	2594199	841613	3.082	4.07		
4	21.46	21.383	21.533	839771	322021	2.608	1.32		
5	22.12	22.075	22.167	56097	22129	2.535	0.09		
6	22.54	22.500	22.617	167063	24742	2.710	0.11		
7	22.76	22.725	22.817	51538	19478	2.646	0.08		
8	22.86	22.817	22.917	139841	49349	2.834	0.22		
9	22.96	22.917	23.025	486172	159315	3.052	0.76		
10	23.50	23.025	23.833	54277245	2591312	20.160	85.06		
11	23.73	23.708	23.817	66976	28485	2.351	0.10		
12	24.16	24.117	24.283	168639	47439	3.552	0.26		
13	25.05	25.008	25.083	106332	41536	2.560	0.17		
14	25.12	25.083	25.233	542604	158001	3.218	0.85		
15	25.92	25.875	25.985	90194	35840	2.517	0.14		
16	26.76	26.717	26.825	72892	28363	2.570	0.11		
17	27.60	27.558	27.667	59990	22983	2.610	0.09		
18	28.51	28.475	28.583	51772	18213	2.701	0.08		
Total				63808650		100.00			

Unknown Spectrum  
 Meta: M\_JARAF B.D12  
 Mass Peak #: 171 Ret. Time: 1.263  
 Scan #: 1073  
 Base Peak #: 271.05

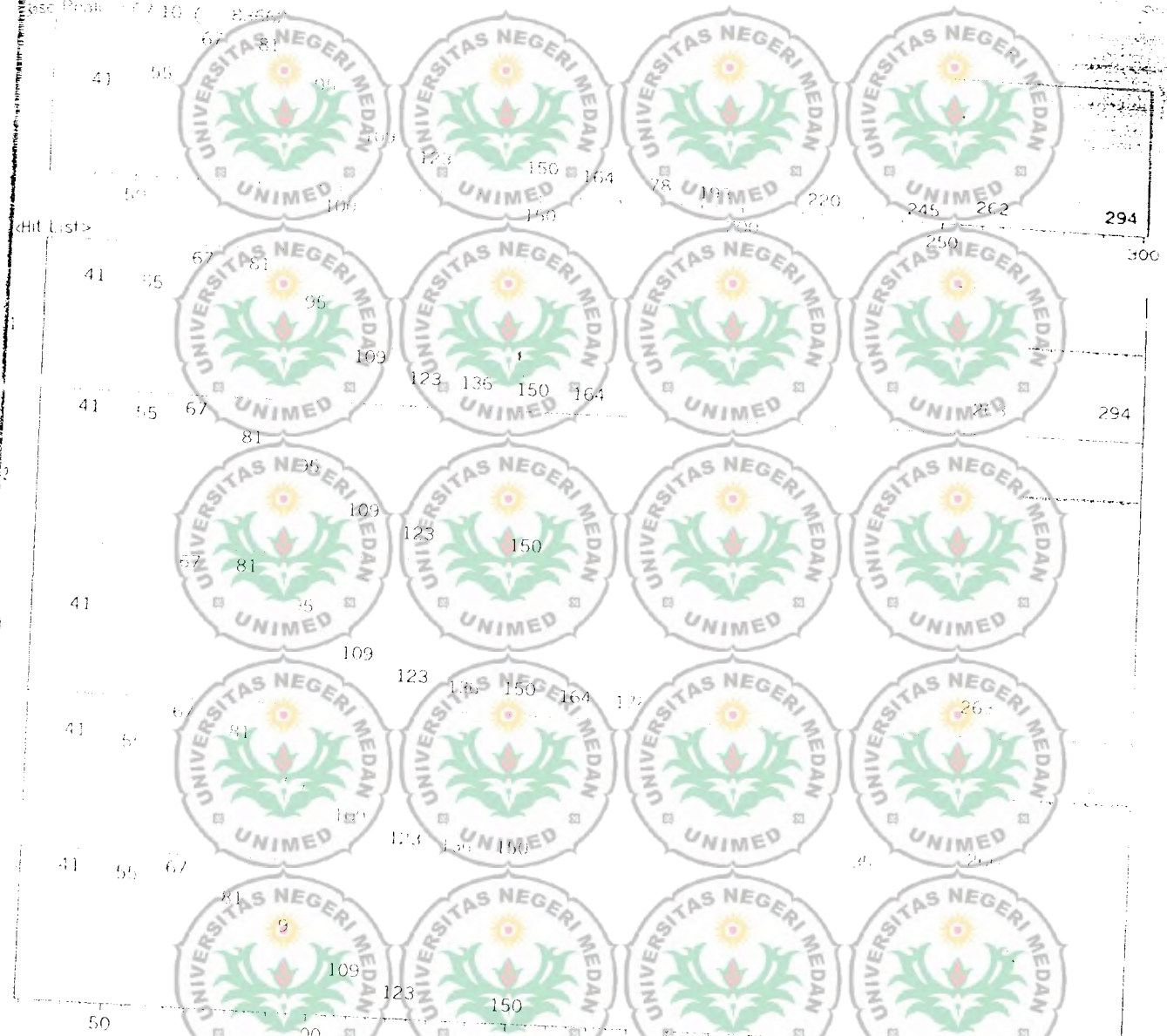


No	SI	Mol.Wgt	Mol. Form	Compound Name	CAS No	Entry	Library
1	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	METHYL HEXADECANOATE	112-39-0	124579	UNIMED
2	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	METHYL PALMITATE	112-39-0	124519	UNIMED
3	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate	112-39-0	124518	UNIMED
4	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate	112-39-0	124522	UNIMED
5	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate	112-39-0	124521	UNIMED
5	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate	112-39-0	124521	UNIMED

Library Name  
 (1) NIS752.LIB (2) WELLY225.LIB (3) PLSIR3.LIB



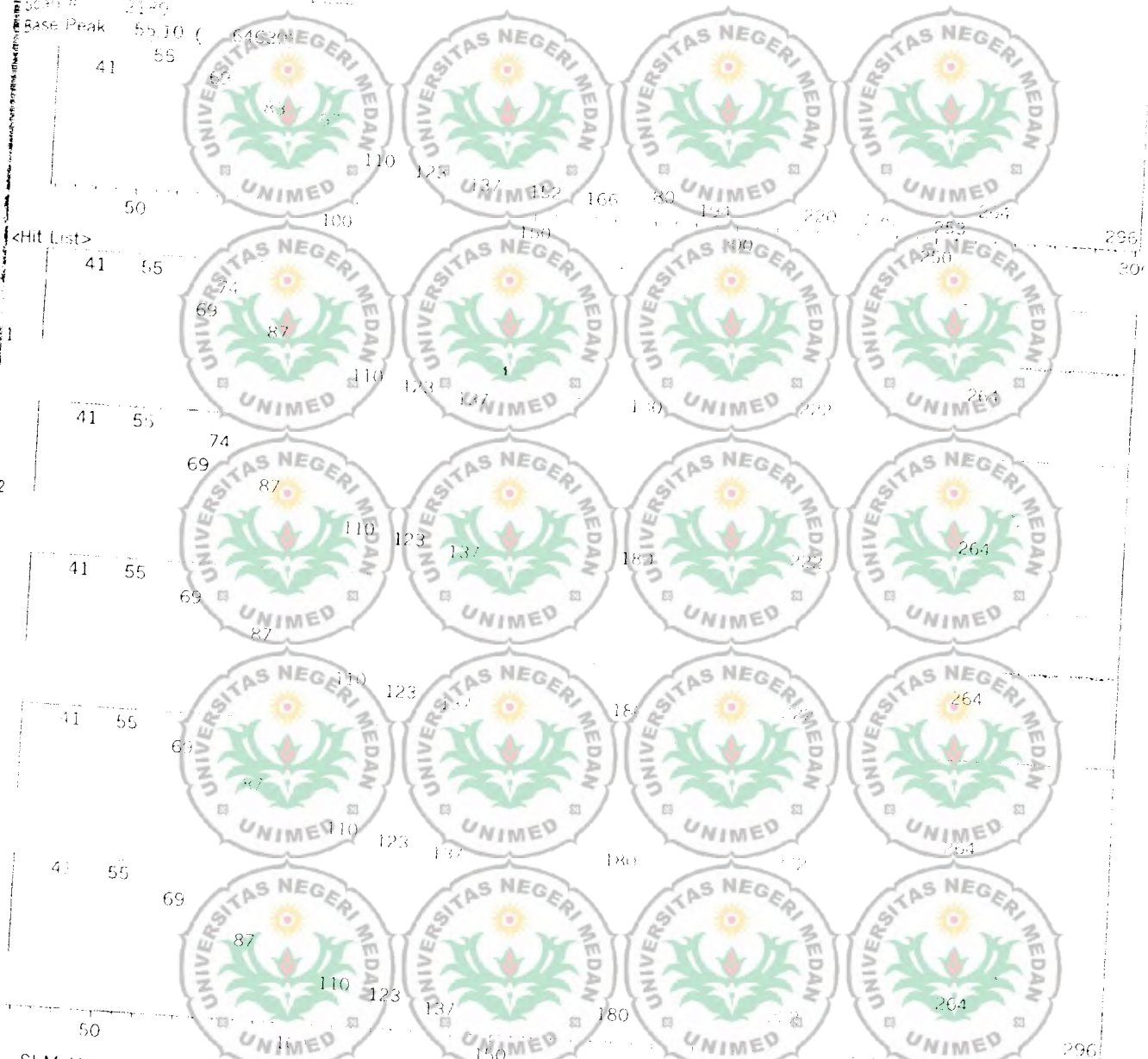
Unknown Spectrum  
 Date: M\_JAR/KB D12  
 Mass Peak #: 143 Ref Time: 11.167  
 Scan #: 1192  
 Base Peak: 7.10 ( 8.66)



No	SI	Mol Wgt	Mol Form / Comp ind Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	95	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	112-63-0	141542	(1)
2	92	322	9,12-Octadecadienoic acid (C <sub>18</sub> ), methyl ester (CAS)	2463-02-7	159492	(2)
3	92	308	11,14-Eicosadienoic acid, methyl ester (CAS)	544-35-4	150811	(3)
4	92	266	ETHYL LINOLATE ETHYL ESTER OF ETHYL 9,12-OCTADECADIENOATE (C <sub>18</sub> )	2462-80-8	121632	(4)
5	92	312	9,12-Hexadecadienoic acid, methyl ester (CAS)	17400-71-7	41002	(5)

Library Name  
 (1) NESTOR LIB (2) VALLI 6229 LIB (3) TSIK/D116

Unknown Spectrum  
Data: M\_JARAKB.D12  
Mass Peak #: 145 Ref Time: 1.032  
Scan #: 2120  
Base Peak: 55.10 ( 64.0%)

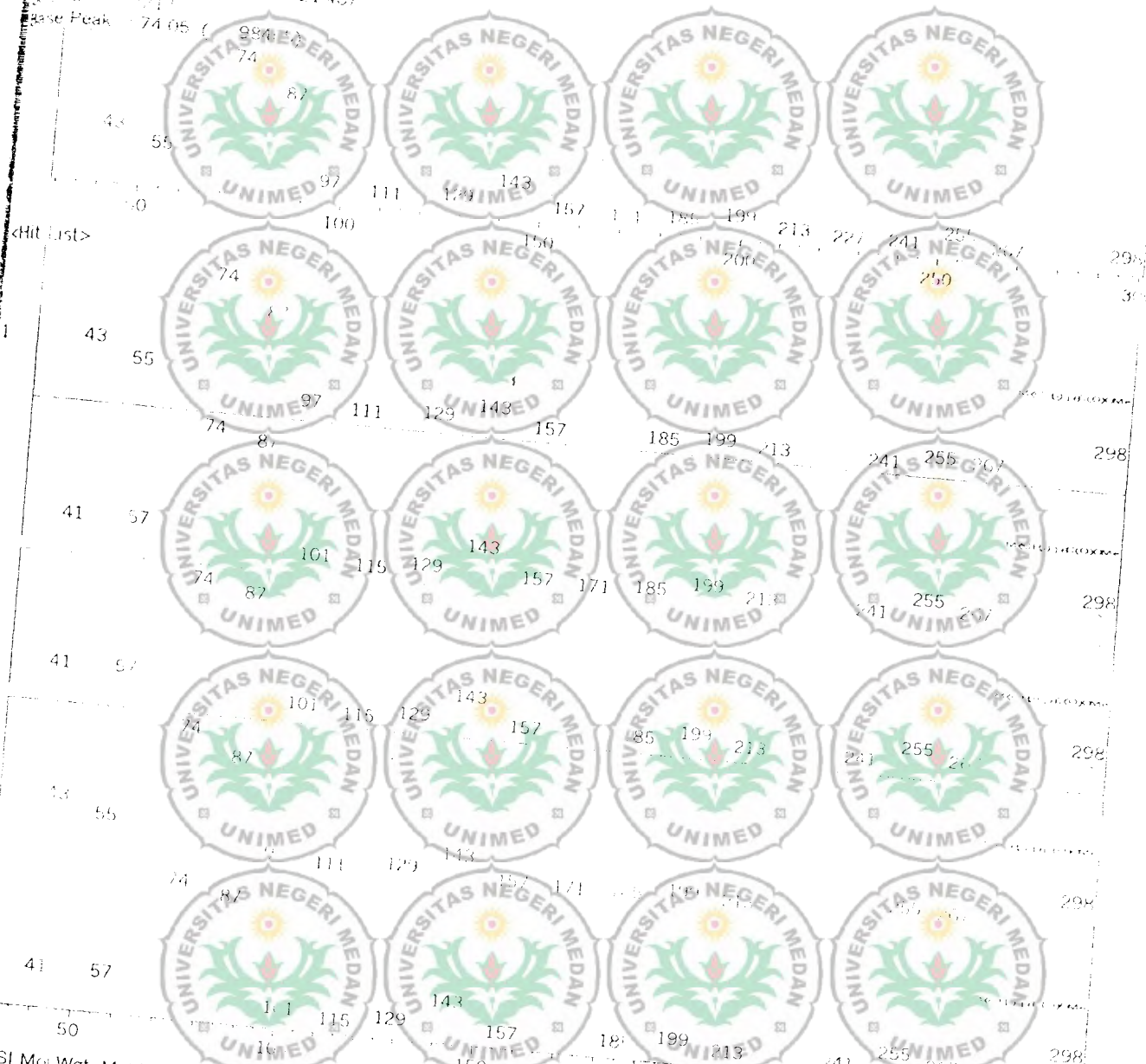


<Hit List>

No	SI	Mol.Wgt.	Mol Form /Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	93	296	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	57396-98-2	142882	2
2	93	296	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	57396-98-2	42155	1
3	93	296	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	2345-29-1	142883	2
4	93	296	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	2345-29-1	42131	1
5	92	296	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	2345-29-1	42136	1

Library Name  
(1) NIST62.LIB (2) WILEY229.LIB (3) F1\_NIST01.LIB

<Unknown Spectrum>  
 Data: M\_JARAKB.D12  
 Base Peak #: 83 Ret Time: 121.467  
 Scan #: 2211  
 Base Peak: 74.05



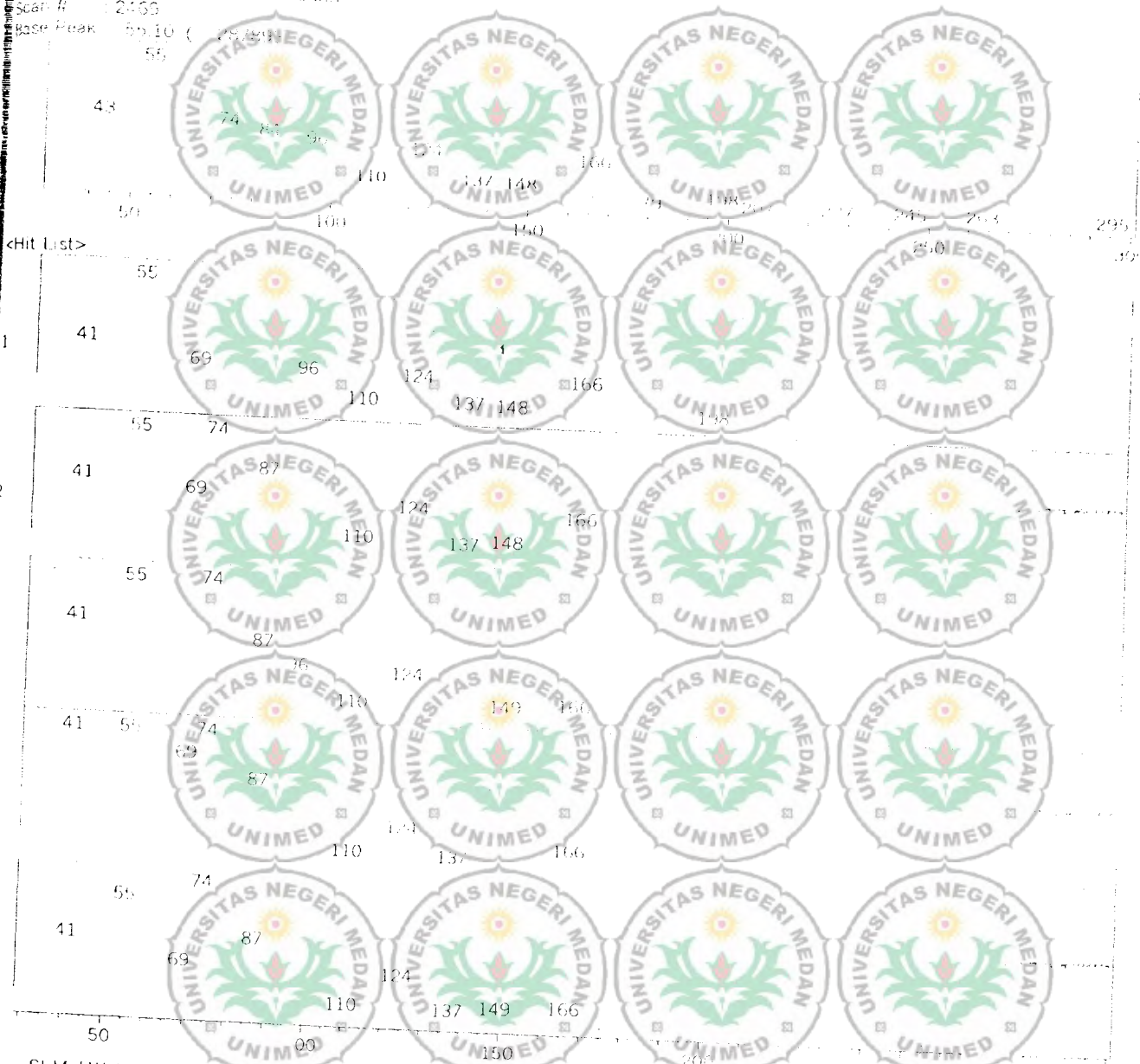
<Hit List>

No	SI	Mol Wgt	Mol Form /Compound Name	CAS No	Entry	LIB#
1	95	298	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub> Octadecanoic acid, methyl ester (CAS)	112-61-8	144201	2
2	95	298	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub> Octadecanoic acid, methyl ester (CAS)	112-61-8	144200	2
3	95	298	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub> Octadecanoic acid, methyl ester (CAS)	112-61-8	144202	2
4	95	298	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub> Octadecanoic acid, methyl ester (CAS)	112-61-8	144208	2
5	94	298	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub> Octadecanoic acid, methyl ester (CAS)	112-61-8	144199	2

Library Name:  
 (1) NIST62.LIB (2) WILEY229.LIB (3) F1 - 1K.D.LIB



Unknown Spectrum  
Data: M\_JARAKB.D12  
Mass Peak #: 143 Ret Time: 43.507  
Scan #: 12450  
Base Peak: 55.10 ( 100%)



<Hit List>

No	SI	Mol Wgt	Mol. Form /Comp	Name	CAS No	Entry	LIB#
1	94	312	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>3</sub>	METHYL ESTER OF RICINOLIC ACID	111-81-9	153220	2
2	90	198	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub>	10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS)	111-81-9	6569	2
3	88	198	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub>	METHYL 10-UNDECENATE	111-81-9	6591	2
4	87	198	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub>	10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS)	111-81-9	6569	2
5	86	198	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub>	10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS)	111-81-9	6569	2

Library Name  
(1) NIST02.LIB (2) NIST09.LIB (3) NIST11.LIB

<Unknown Spectrum>

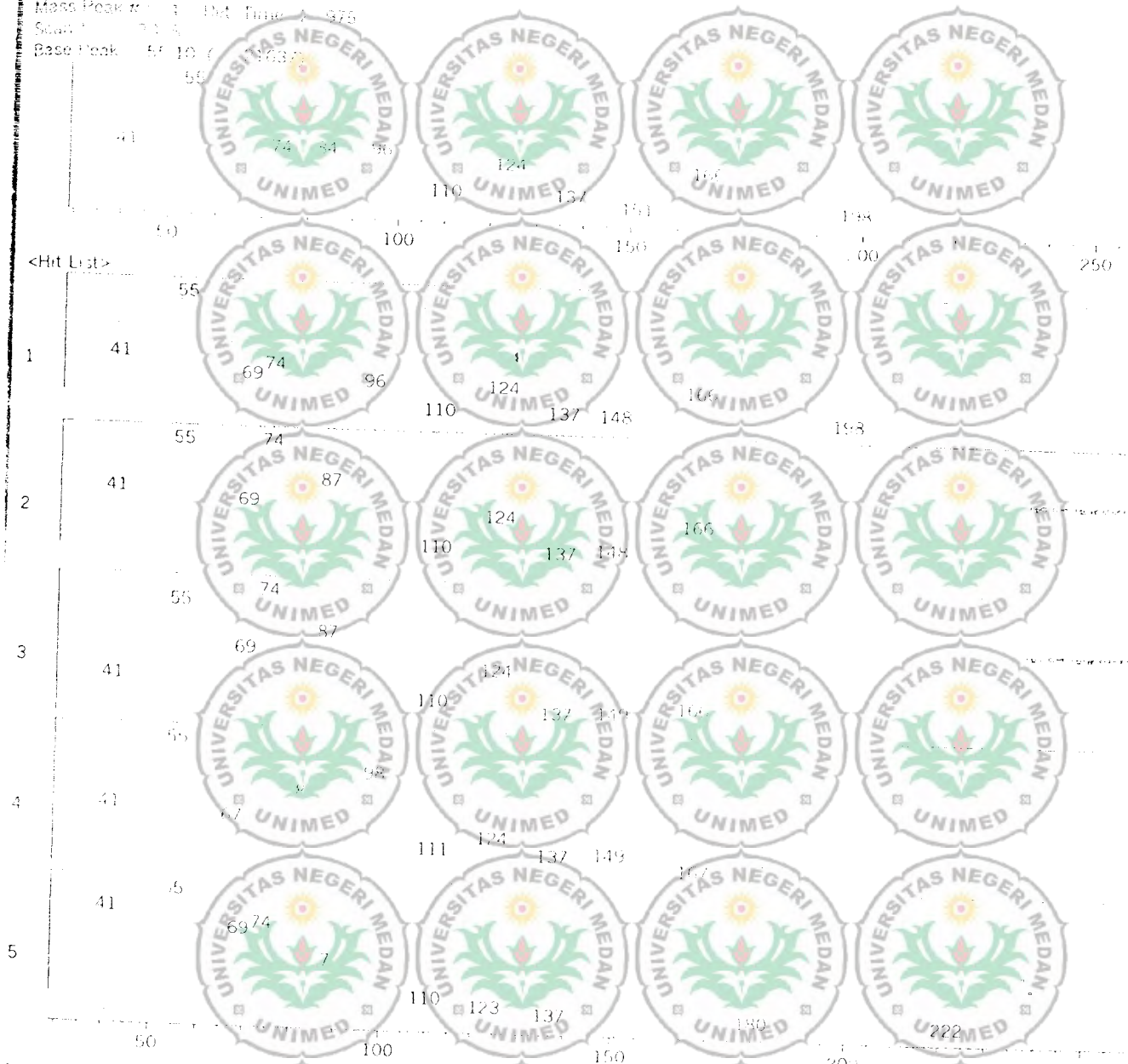
Data: M\_JAPAB 012

Mass Peak: 100.0000 Base Peak: 55.1000

Scan: 1000

Base Peak: 55.1000

<Hit List>



No	SI	Mol Wgt	Mol Form / Comp	Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	91	312	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>3</sub>	METHYL ESTER OF RINOLEIC ACID	111-81-9	153270	
2	91	198	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub>	10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS)	111-81-9	65662	
3	87	198	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub>	10-Undecenoic acid, methyl ester (CAS)	111-81-9	65662	
4	87	202	C <sub>11</sub> H <sub>19</sub> ClO	10-Undecenoyl chloride (CAS)	33160-95-6	23377	
5	86	296	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	9-Octadecenoic acid (Z)-methyl ester	112-62-9	12114	

Library Name  
 (1) NIST LIB (2) WILEY229 LIB (3) FT5 STD LIB

Lampiran 1. Kadar Asam Lemak Bebas (ALB/FFA) dengan variasi dehidrator

a. Kadar ALB/FFA Minyak jarak

Ulangan	Berat minyak jarak (g)	Kadar ALB/FFA (%)
1	0,503	1,820
2	0,507	1,925
3	0,502	1,825
Rata - rata		1,855

b. Kadar ALB/FFA dengan dehidrator  $P_2O_5$

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Kadar ALB/FFA (%)
1	0,520	2,189
2	0,507	2,118
3	0,508	2,112
Rata - rata		2,139

c. Kadar ALB/FFA dengan dehidrator  $K_2CO_3$

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Kadar ALB/FFA (%)
1	0,507	1,867
2	0,505	1,877
3	0,505	1,875
Rata - rata		1,873

d. Kadar ALB/FFA dengan dehidrator  $H_3PO_3$

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Kadar ALB/FFA (%)
1	0,508	11,180
2	0,510	10,530
3	0,502	10,690
Rata - rata		10,800



e. Kadar ALB/FFA dengan dehidrator  $\text{NaHSO}_4$

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Kadar ALB/FFA (%)
1	0,509	1,869
2	0,504	1,870
3	0,506	1,870
Rata - rata		1,870

f. Kadar ALB/FFA dengan dehidrator  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Kadar ALB/FFA (%)
1	0,508	1,869
2	0,507	1,870
3	0,512	1,870
Rata - rata		1,870

g. Kadar ALB/FFA dengan dehidrator *molecular sieve*

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Kadar ALB/FFA (%)
1	0,514	1,866
2	0,532	1,870
3	0,502	1,912
Rata - rata		1,883

h. Kadar ALB/FFA dengan dehidrator bentonit katalis HCl (Substansi aktivasi bentonit  $450^\circ\text{C}$ )

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Kadar ALB/FFA (%)
1	0,518	2,660
2	0,538	2,880
3	0,513	2,950
Rata - rata		2,830

Lampiran 4: Bilangan Iodium dengan variasi dehidrator

a. Bilangan Iodium Minyak jarak

Ulangan	Berat Minyak jarak (gr)	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0,205	49,860
2	0,204	50,010
3	0,205	49,750
Rata - rata		49,860

b. Bilangan Iodium dengan dehidrator  $P_2O_5$

Ulangan	Berat Minyak jarak (gr)	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0,258	63,660
2	0,258	62,040
3	0,261	63,580
Rata - rata		63,090

c. Bilangan Iodium dengan dehidrator  $K_2CO_3$

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0,208	49,860
2	0,204	50,010
3	0,206	49,750
Rata - rata		49,860

d. Bilangan Iodium dengan dehidrator  $H_3PO_4$

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0,260	55,330
2	0,204	55,300
3	0,206	56,370
Rata - rata		55,670

e. Bilangan Iodium dengan dehidrator  $\text{NaHSO}_4$

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0,258	56,920
2	0,261	58,511
3	0,255	57,646
Rata - rata		57,630

f. Bilangan Iodium dengan dehidrator  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0,257	59,112
2	0,261	58,741
3	0,259	60,3632
Rata - rata		59,400

g. Bilangan Iodium dengan dehidrator *molecular sieve*

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0,507	60,860
2	0,504	61,870
3	0,503	59,870
Rata - rata		60,866

h. Bilangan Iodium dengan dehidrator bentonit katalis  $\text{HCl}$   
(Suatu aktivasi bentonit  $450^\circ\text{C}$ ).

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan Iodium (mg/g)
1	0,551	58,230
2	0,538	59,100
3	0,513	58,700
Rata - rata		58,680



Lampiran 5 : Bilangan Hidroksida dengan variasi dehidrator.

a. Bilangan Hidroksida minyak jarak.

Ulangan	Berat minyak jarak (gr)	Bilangan hidroksida (mg/g)
1	0,5084	28,28
2	0,4997	28,30
3	0,5086	28,26
<b>Rata - rata</b>		<b>28,27</b>

b. Bilangan Hidroksida dehidrator  $P_2O_5$ .

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan hidroksida (mg/g)
1	0,5080	17,75
2	0,4998	17,34
3	0,5012	18,17
<b>Rata - rata</b>		<b>17,75</b>

b. Bilangan Hidroksida dehidrator  $K_2CO_3$ .

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan hidroksida (mg/g)
1	0,5072	25,70
2	0,5061	25,66
3	0,5086	25,68
<b>Rata - rata</b>		<b>25,68</b>

c. Bilangan Hidroksida dehidrator  $H_3PO_4$ .

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan hidroksida (mg/g)
1	0,5080	28,61
2	0,5084	28,41
3	0,5012	28,82
<b>Rata - rata</b>		<b>28,61</b>

d. Bilangan Hidroksida dehidrator  $\text{NaHSO}_4$ .

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan hidroksida (mg/g)
1	0,5086	21,78
2	0,5084	21,74
3	0,5023	20,90
Rata-rata		21,47

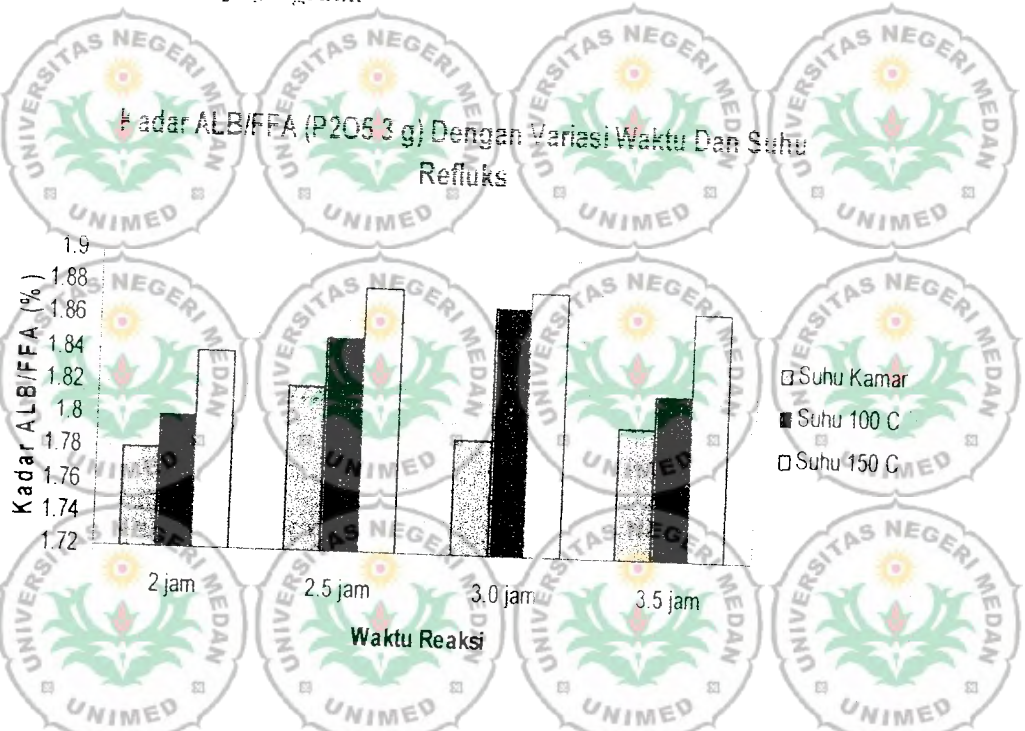
e. Bilangan Hidroksida dehidrator  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Ulangan	Berat hasil dehidrasi (gr)	Bilangan hidroksida (mg/g)
1	0,5080	18,61
2	0,5084	18,41
3	0,5012	18,82
Rata-rata		18,61

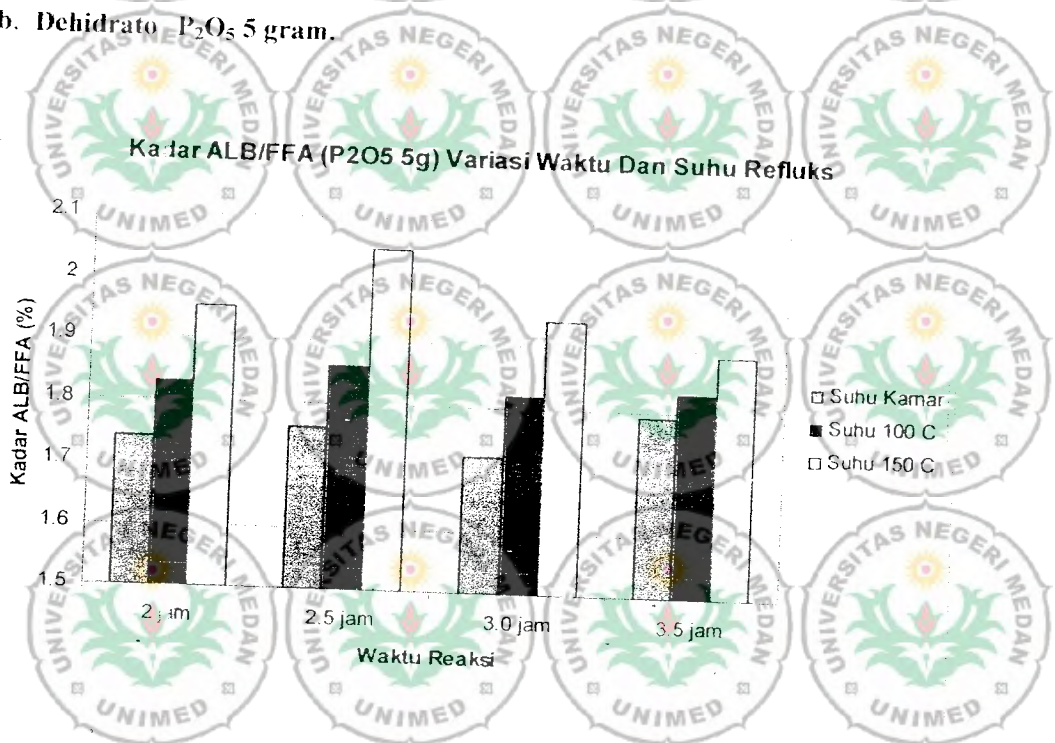


Lampiran 1: Kadar ALB Variasi Jumlah Dehidrator Waktu Dan Suhu Reaksi.

a. Dehidrator  $P_2O_5$  3 gram.

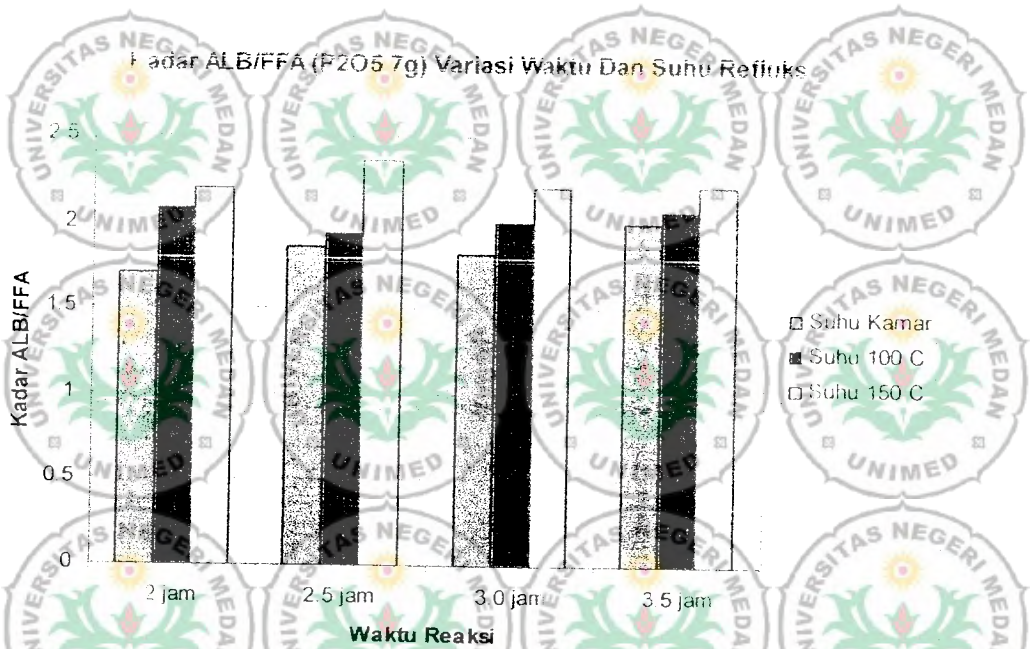


b. Dehidrator  $P_2O_5$  5 gram.



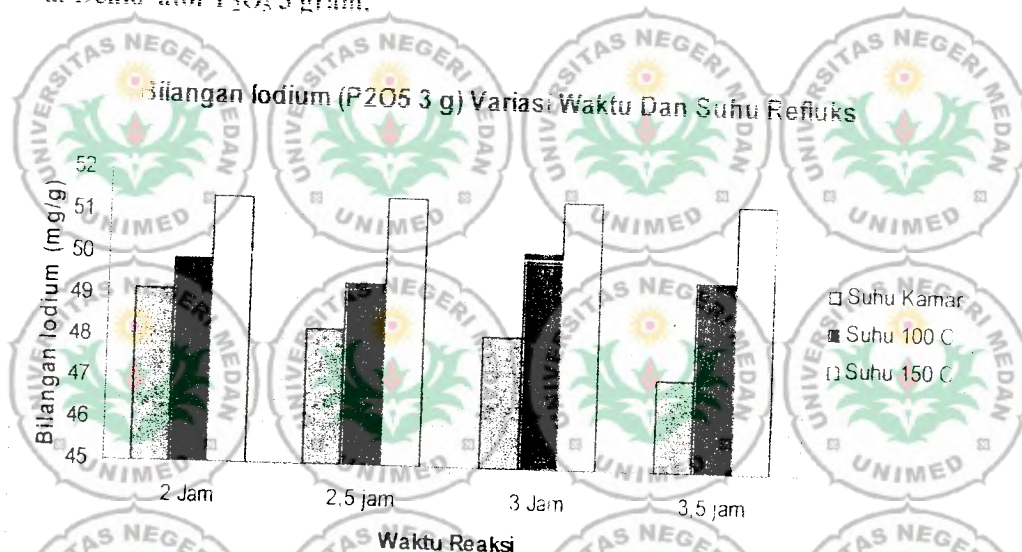


c. Dehidrator  $P_2O_5$  7gram.

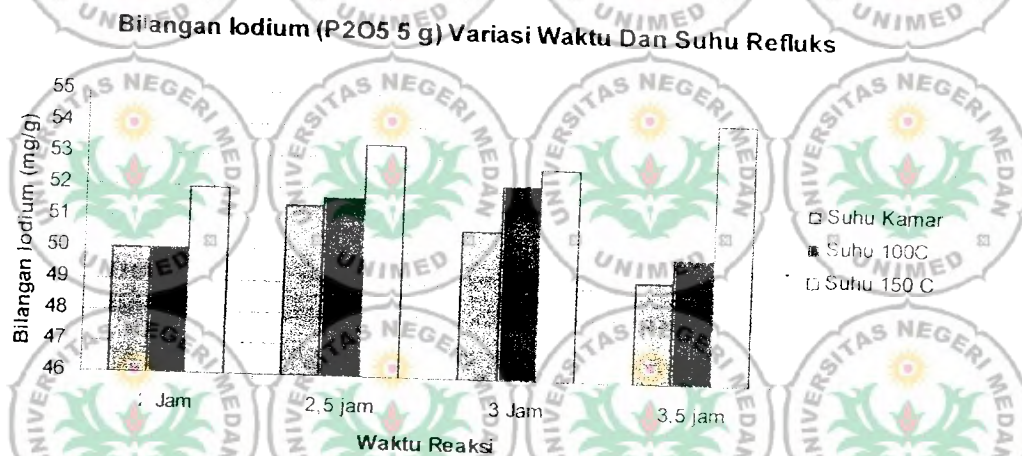


Lampiran 7: Bilangan Iodium dengan variasi jumlah dehidrator suhu dan waktu reaksi.

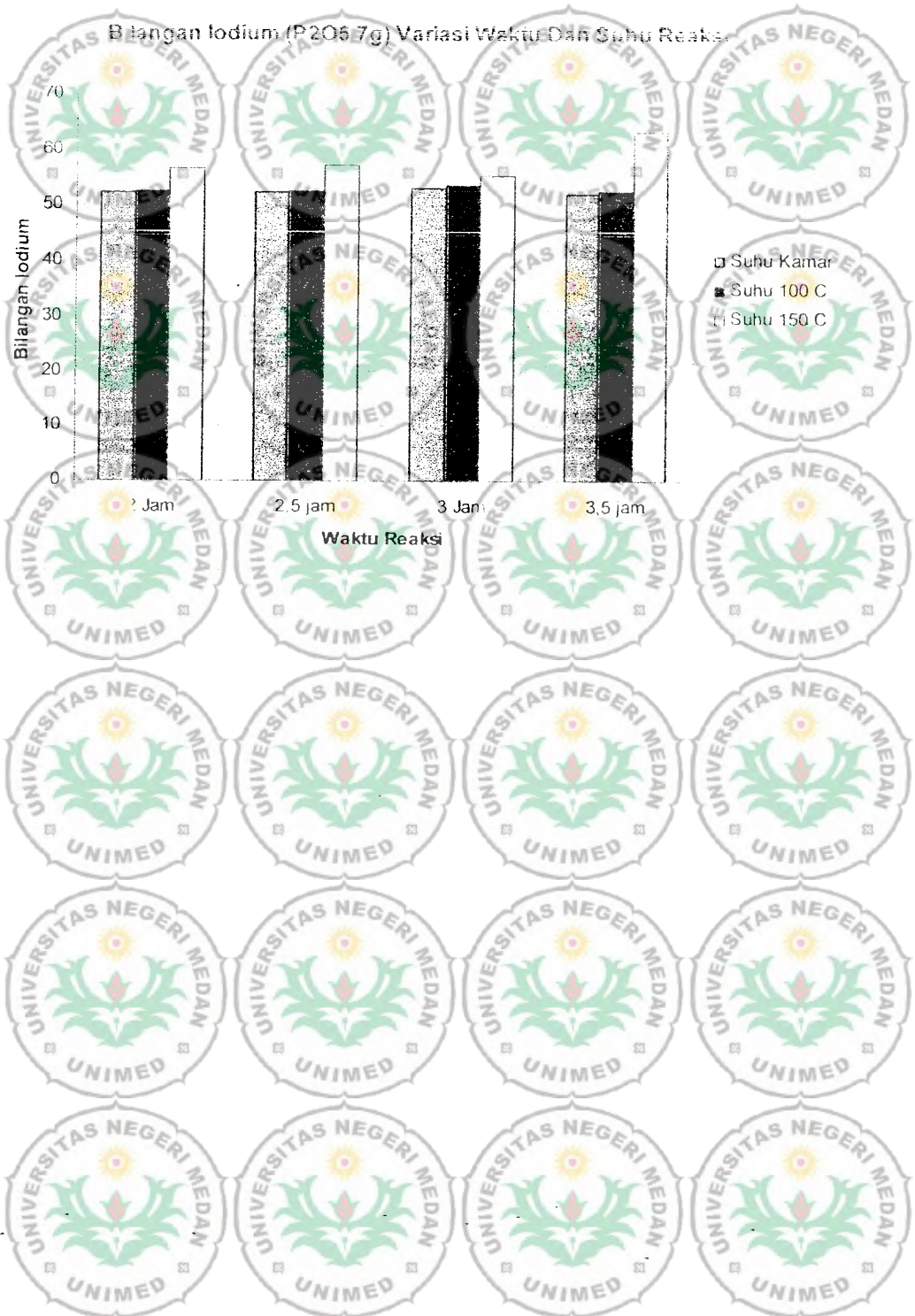
a. Dehidrator  $P_2O_5$  3 gram.



b. Dehidrator  $P_2O_5$  5 gram.



c. Dehidrasi  $P_2O_5$  7 gram.





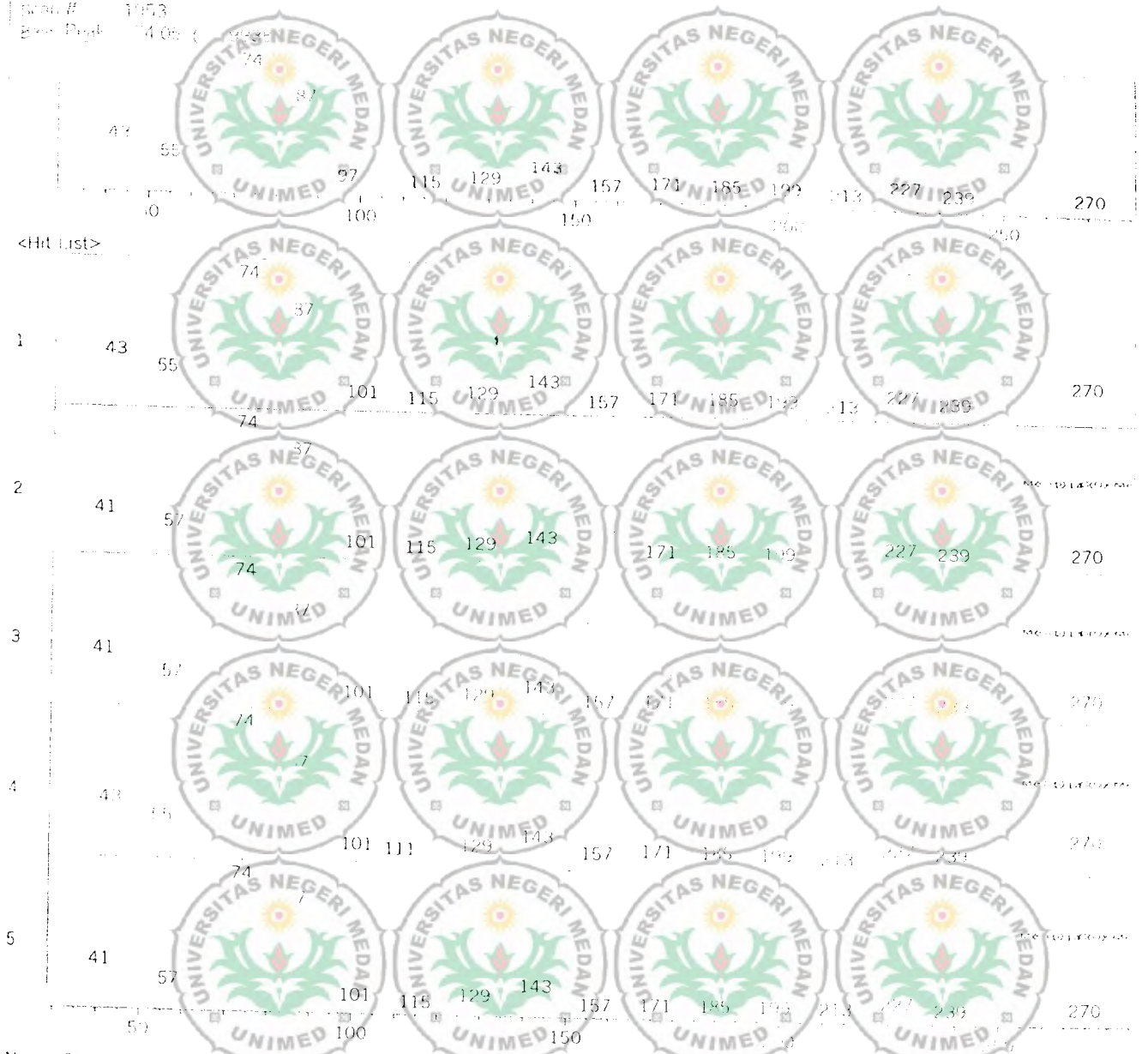
Lampiran 8 : Database Library struktur minyak jarak hasil dehidrasi dengan Dehidrator  $P_2O_5$  7gram, suhu  $150^{\circ}C$  dan waktu refluks 3,5 jam

\*\*\* CLASS 0000 \*\*\* Report No. : 1 Data : M JARAK DEHIDRASI 11 11 11 11 11 11  
 Sample : DEHIDRASI MINYAK JARAK DENGAN  $P_2O_5$   
 ID : 60 - 10/30/2  
 Sample Amount : 0.2  
 Dilution Factor :  
 Type : Unknown  
 Operator : S. IRANI  
 Method File Name : HEADAROL.MET  
 Vial No. : 0  
 Barcode :

\*\*\*\* Peak Report \*\*\*\*

PKNO	RTime	Time -F Time	Area	Height	A/H(%)	MK %Total	Name
1	19.262	19.217 - 19.308	639852	439160	1.457	0.83	V
2	20.846	20.815 - 20.892	35958	22327	1.110	0.05	
3	21.192	21.058 - 21.225	5868828	1154604	5.083	2.65	V
4	21.288	21.225 - 21.375	6971663	1448949	4.812	9.09	V
5	21.392	21.275 - 21.417	39999	32568	1.28	0.05	V
6	21.477	21.425 - 21.517	1212924	700127	1.732	1.56	V
7	21.700	21.608 - 21.792	2191465	720043	2.044	2.86	V
8	21.959	21.732 - 22.042	1588302	674186	2.356	2.07	V
9	22.142	22.012 - 22.217	1008136	438839	2.297	1.31	V
10	22.254	22.17 - 22.292	84967	51042	1.465	0.11	V
11	22.551	22.392 - 22.650	584872	322540	1.813	0.76	V
12	23.606	23.33 - 23.733	54389000	2826081	19.245	70.93	V
13	23.799	23.33 - 23.933	1417492	422535	1.356	1.25	V
14	24.234	24.08 - 24.308	89553	50555	1.761	0.11	V
15	25.139	25.03 - 25.208	551649	255793	1.157	0.77	V
Total			76677759		100.00	99.62	

<Unknown Spectrum>  
Data: M\_JARAKP.D12  
Mass Peak #: 72 Ret Time: 9.267  
Scan #: 1153  
Scan Date: 14.06.2011



No	SI	Mol Wgt.	Mol Form	Compound Name	CAS No	Entry	Lib#
1	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	METHYL HEXADECANOATE	112-39-0	124679	2
2	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate	112-39-0	124618	2
3	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate	112-39-0	124619	2
4	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate	112-39-0	124622	2
5	96	270	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate	112-39-0	124623	2

Library Name:  
(1) NIST02.LIB (2) WILEY271.LIB (3) EELIB.D.LIB

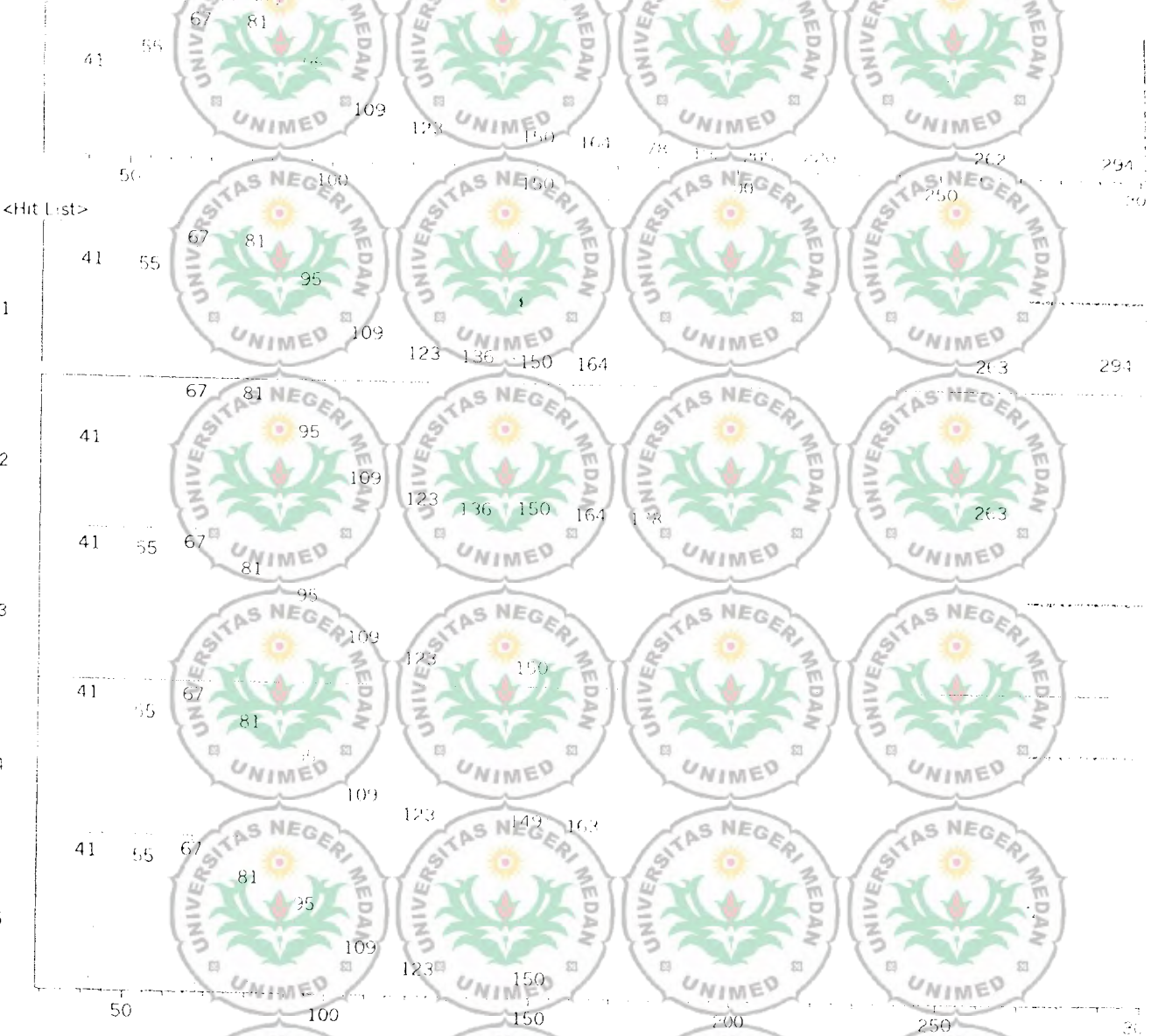
<Unknown Spectrum>

Data: M\_JARAKP.D12

Mass Peak #: 142 Ret. Time: 2.09

Scan #: 2185

Base Peak: 67.10



<Hit List>

No	SI	Mol.Wgt.	Mol.Form./Corr	Sound Name	CAS No	Entry	Ref#
1	95	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z), methyl ester (CAS) Methyl linoleate \$1	112-63-0	141542	2
2	93	303	C <sub>20</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	ETHYL LINOLEATE \$1; LINOLEIC ACID, ETHYL ESTER \$4; ETHYL 9,12 OCTADECADIENOATE \$5; Linol	544-35-4	150814	2
3	92	322	C <sub>21</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	11,14-Eicosadienoic acid, methyl ester (CAS) Methyl 11,14-icosadienoate \$1	2463-02-7	151499	2
4	92	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E) (CAS) Methyl linoleate \$1; Methyl	2565-97-4	141517	2
5	92	322	C <sub>21</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	11,14-Eicosadienoic acid, methyl ester	2463-02-7	151499	1

Library Name  
 (1) RE:162 LIB (2) WILLY22 LIB (3) PESTICID LIB



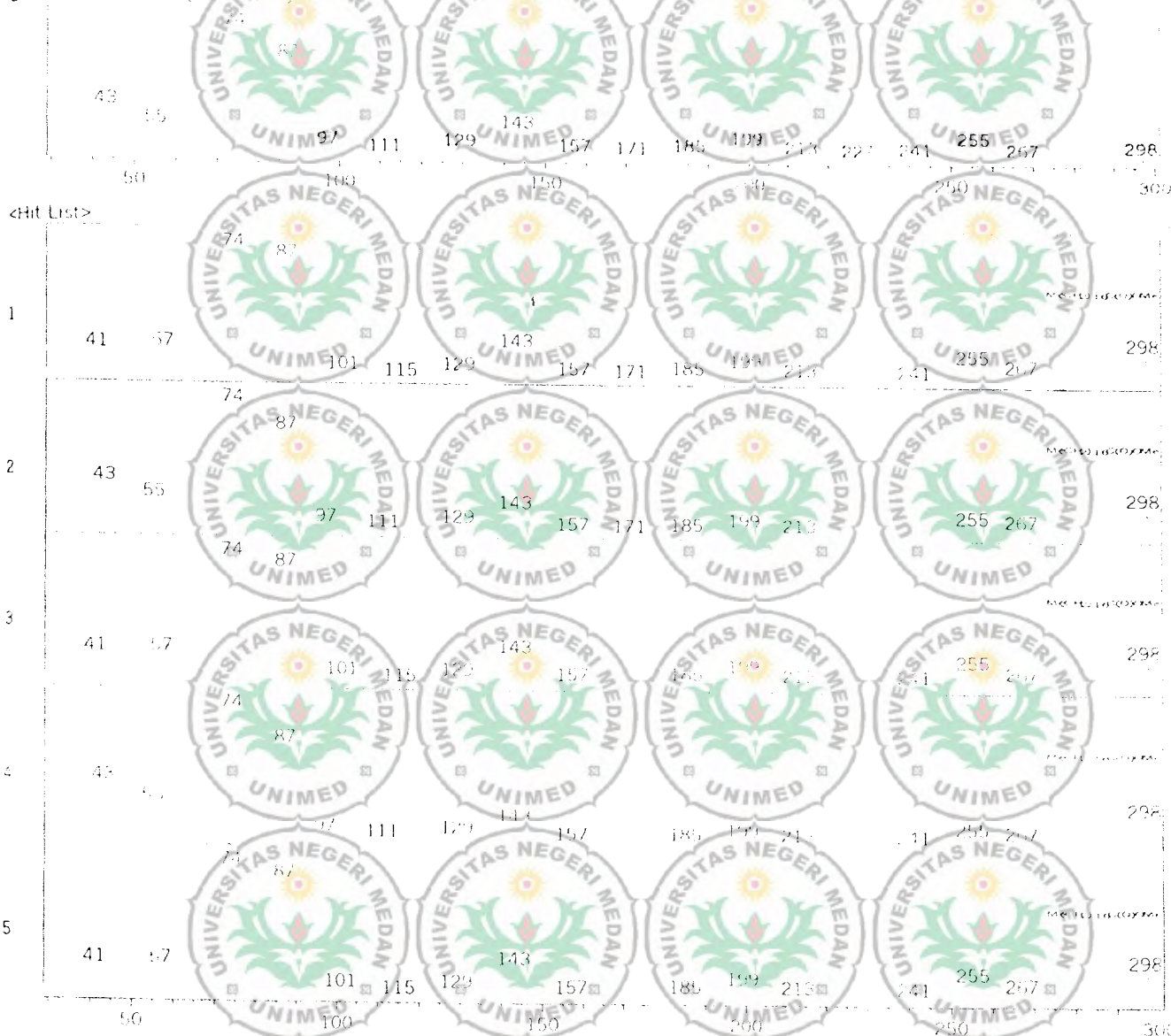
Unknown Spectrum

Date: 11/01/2017

Mass Peak #: 86 Ret. Time: 21.183

Scan #: 2217

Base Peak: 74.86 (14.0%)



No	SI	Mol Wgt	Mol. Form / Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	95	298	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	112-61-8	144200	2
2	95	298	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	112-61-8	144208	2
3	95	298	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	112-61-8	144202	2
4	94	298	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	112-61-8	144201	2
5	94	298	C <sub>19</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	112-61-8	144209	2

Octadecanoic acid, n-ethyl ester (CAS) Methyl stearate \$3 Methyl octadecanoate \$4 Meth  
 Octadecanoic acid, n-ethyl ester (CAS) Methyl stearate \$3 Methyl octadecanoate \$4 Meth  
 Octadecanoic acid, n-ethyl ester (CAS) Methyl stearate \$3 Methyl octadecanoate \$4 Meth  
 Octadecanoic acid, n-ethyl ester (CAS) Methyl stearate \$3 Methyl octadecanoate \$4 Meth  
 Octadecanoic acid, n-ethyl ester (CAS) Methyl stearate \$3 Methyl octadecanoate \$4 Meth

Library Name:

(1) NIS-62 LIB (2) WILEY/29 LIB (3) PLS/ICD LIB

<Unknown Spectrum>

Data: M\_JARAF.D12

Mass Peak #: 123 Ret. Time: 1.201

Scan #: 2245

Base Peak: 67.101



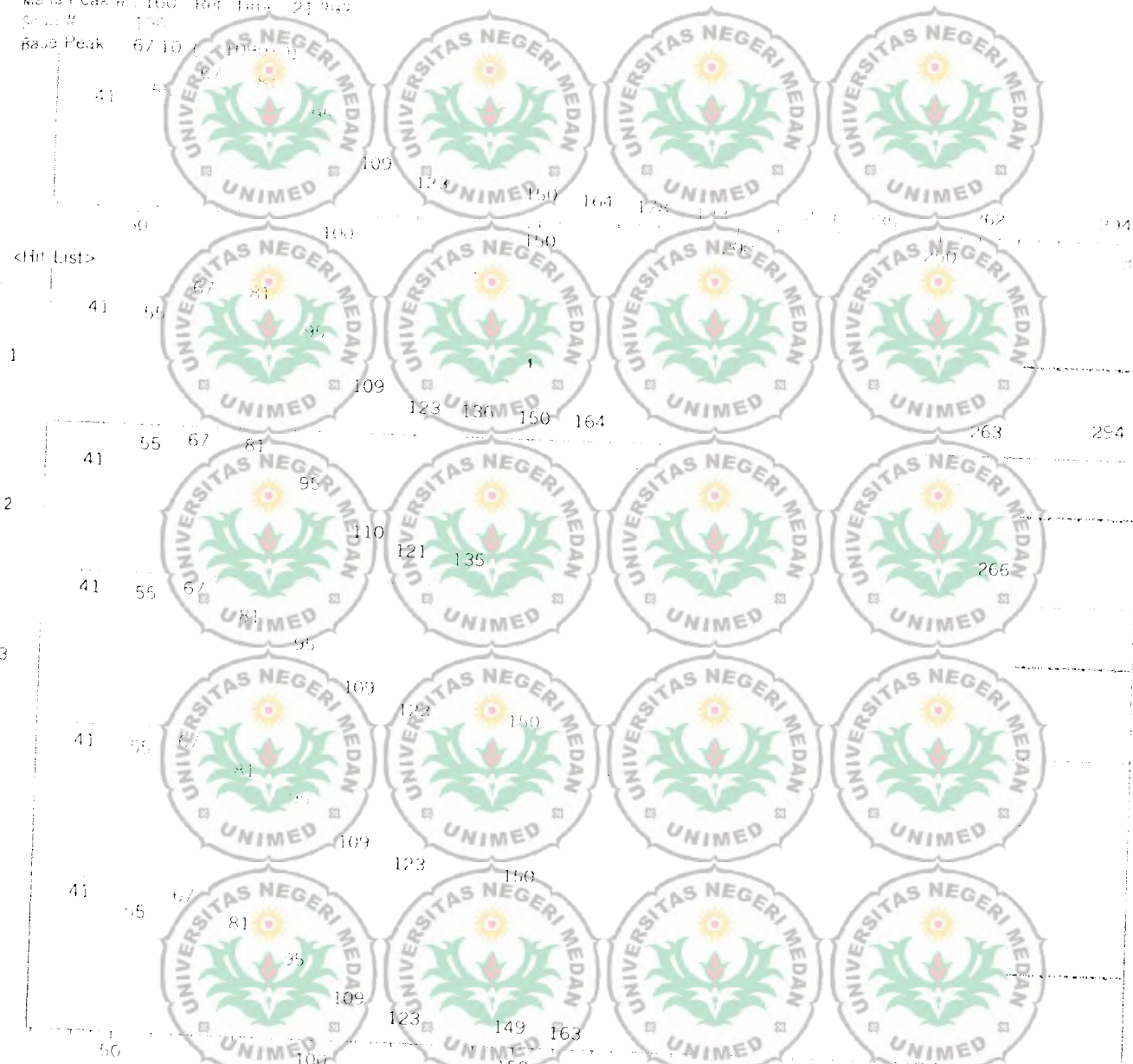
<Hit List>

No	SI	Mol.Wgt	Mol. Form / C	Compound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	94	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z), methyl ester	112-63-0	141849	1
2	94	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z), methyl ester (CAS)	112-63-0	141539	2
3	92	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	Methyl linoleate	112-63-0	141543	2
4	92	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z), methyl ester (CAS)	112-63-0	141556	2
5	92	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	METHYL LINOLEATE	112-63-0	141513	2
5	92	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	8,11-Octadecadienoic acid, methyl ester (CAS)	112-63-0	141513	2

Library Name

(1) NIST62 LIB (2) WILEY229 LIB (3) ELSICO LIB

<Unknown Spectrum>  
 Data: M\_JAIARP.D12  
 Mass Peak #: 100 Base Peak: 21942  
 Scan #: 190  
 Base Peak: 67.10

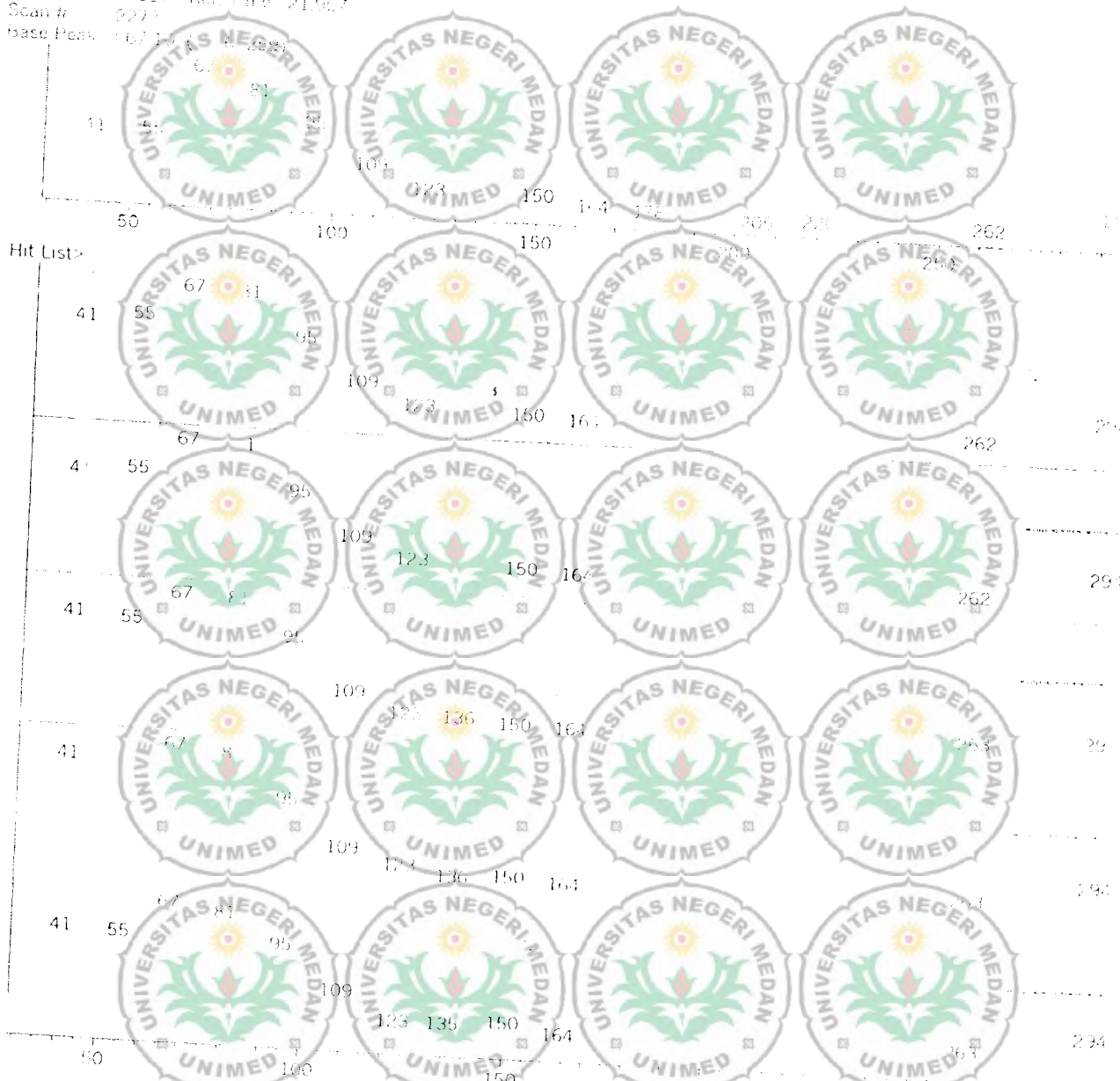


No	GI	Mol Wgt	Mol Form /Corr	ound Name	CAS No.	Entry	LIB#
1	93	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	9,12-Octadecadienoic acid (Z,E), methyl ester (CAS) Methyl heptadecate	1127-63-0	141142	UNIMED
2	92	266	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O	9,12-Octadecadien-1-ol (CAS) OCTADECA-9,12-DIEN-1-OL	1577-52-2	121805	UNIMED
3	92	322	C <sub>20</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	11,14-Eicosadienoic acid, methyl ester (CAS) METHYL 11,14-EICOSADIENOATE	2463-02-7	141199	UNIMED
4	91	322	C <sub>20</sub> H <sub>38</sub> O <sub>2</sub>	11,14-Eicosadienoic acid, methyl ester (CAS) METHYL 11,14-EICOSADIENOATE	2463-02-7	48300	UNIMED
5	93	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E) (CAS) Methyl heptadecate	2556-92-4	141117	UNIMED

Library Name:  
 (1) NIS162 LIB (2) WIL1629 LIB (3) CLS164 LIB



<Unknown Spectrum>  
 Data: M\_JARAKP.D12  
 Mass Peak #: 117 Ref: me\_21307  
 Scan #: 2271  
 base Peak: 67.14



Hit List>

No	SI	Mol Wgt.	Mol Form	ZC	Compound Name	CAS No	Entry	Lib#
1	94	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>		9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z), methyl ester	112-63-0	11849	1
2	94	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>		9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z), methyl ester (CAS)	112-63-0	141539	2
3	93	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>		9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z), methyl ester (CAS) Methyl linoleate	112-63-0	111542	2
4	93	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>		9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z), methyl ester (CAS) Methyl linoleate	112-63-0	111542	2
5	92	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>		8,11-Octadecadienoic acid, methyl ester (CAS) METHYL 8,11-OCTADECADIENOATE	56199-58-7	111513	2

Library Name:  
 (1) NIST62 LIB (2) WILEY229 LIB (3) PESTICID LIB

<Unknown Spectrum>

Date: M\_JARAKI.D12

Mass Peak At: 110 147 164 194

Scan #: 1791

Base Peak: 67 109 135 150



<Hit List>

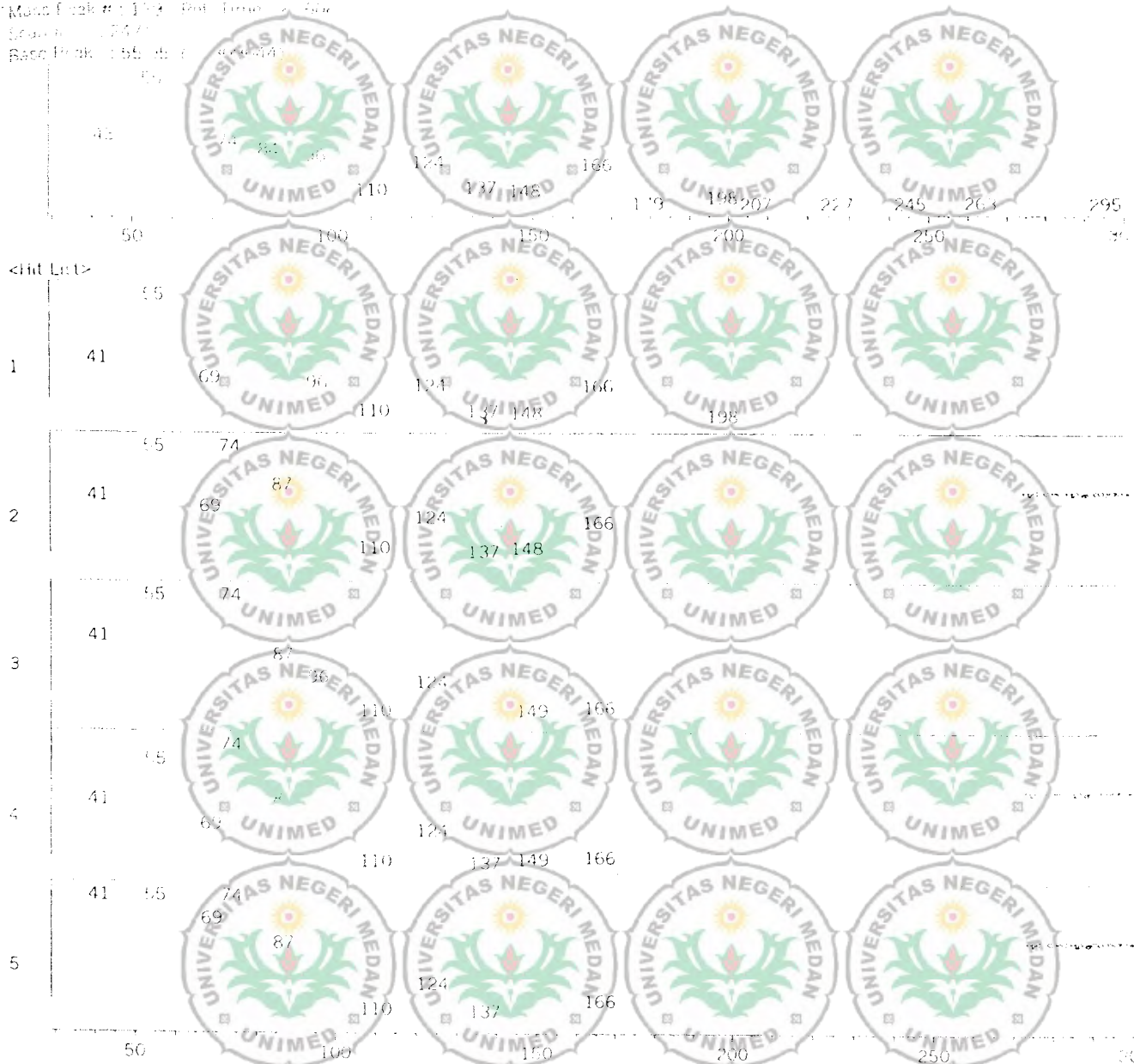


No	SI	Mol.Wgt.	Mol Form	Compound Name	CAS No	Entry	LIB#
1	92	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	5,12-Octadecadienoic acid (7,7), methyl ester (CAS)	112-63-0	11849	1
2	92	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	5,12-Octadecadienoic acid (2,7), methyl ester (CAS)	112-63-0	111539	2
3	92	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	5,12-Octadecadienoic acid (7,7), methyl ester (CAS)	112-63-0	111543	2
4	92	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	8,11-Octadecadienoic acid, methyl ester (CAS)	56599-58-7	141513	2
5	91	294	C <sub>19</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	9,11-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E) (CAS)	13038-47-6	111514	2

Library Name

(1) ISOTRIN (2) WILLIAMS (3) WYETH (4) UNIMED

<Unknown Spectrum>  
 Date: 01\_JANUARI\_2017  
 Modis Peak #1: 193 - Ref. Time: 2.407  
 Scan #: 2747  
 Base Peak: 193 - Abundance: 100



No	SI	Mol Wgt	Mol Form/Compound Name	CAS No	Entry	LIB#
1	94	312	C <sub>19</sub> H <sub>36</sub> O <sub>3</sub> METHYL ESTER OF 10-UNDECENOIC ACID	111-81-9	153220	2
2	90	198	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub> 10 Undecenoic acid, methyl ester (CAS)	111-81-9	65692	2
3	88	198	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub> METHYL 10 UNDECENOATE	111-81-9	65918	2
4	87	193	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub> 10 Undecenoic acid, methyl ester (CAS)	111-81-9	65696	2
5	87	193	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub> 10 Undecenoic acid, methyl ester (CAS)	111-81-9	65695	2

Library Name  
 (1) NIST62 LIB (2) WILEY229 LIB (3) FT50000 LIB



## CURRICULUM VITAE TIM PENELITIAN

A. CV Kermi Penelitian

A. E. Nidar

1. Nama Lengkap : Drs. Marham Sitorus, M. Si
2. Tempat Tanggal Lahir : Tapanuli Utara, 01 Januari 1963
3. Jenis Kelamin : Laki - laki
4. NIP/Gol/Ab. Fungsional : 131864166/IV-a/Lektor Kepala
5. Fakultas/Jurusan : MIPA/ Kimia
6. Bidang Keahlian : Kimia Organik (Sintesis)
7. Alamat Kantor : Jurusan Kimia FMIPA UNIMED  
Jl. Wilem Iskandar Pasar V  
Medan 20211  
Tlp : 061-6625970
8. Alamat Rumah : Jl. Sehat Gg. Sepakat No 6  
Medan 20237  
Tlp/HP: 061-6623957/081533701863  
E-mail: marham.sitorus@gmail.com

A. 2. Pendidikan.

No	Institut/Universitas	Tahun Lulus	Spesialisasi
1	S1 - FMIPA UGM Yogyakarta	1987	Kimia
2	S - PPs UGM Yogyakarta	1995	Kimia Organik
3	S - PPs UNAND Padang	on going	Kimia Organik (Sintesis)

A. 3. Pekerjaan.

No	Tahun	Instansi	Pekerjaan
1	1983 - 2001	FMIPA UNPATRI Ambon	Dosen Jurusan Kimia
2	2001 - sekarang	FMIPA UNIMED Medan	Dosen Jurusan Kimia

A. 4. Pengalaman Penelitian.

No	Judul Penelitian	Tugas Dalam Penelitian	Tahun
1	Konversi Risinoleat Dari Minyak Jarak (Castor Oil) Menjadi Asam Azelaat	Ketua Peneliti	SPP/DPP UNIMED 2005
2	Pengolahan Minyak Jarak (Castor Oil) Menjadi Bahan Pewangi (Essen) Sintetik	Ketua Peneliti	Dana Rutin UNIMED 2005
3	Studi Pembuatan "Turkey Red Oil" dari Minyak Jarak (Castor Oil)	Ketua Peneliti	PPD - IEDS 2006
4	Dehidrasi Risinoleat Minyak jarak (Castor Oil) Menjadi Linoleat dan Karakterisasinya Sebagai Usaha Pengolahan Minyak Jarak Untuk Konsumsi	Ketua Peneliti	PDM 2005
5	Sintesis "Turkey Red Oil" dari Minyak Jarak (Castor Oil)	Ketua Peneliti	PDM 2006

A. 5. Publikasi.

1. Pembuatan tiga jenis senyawa ester dari risinoleat minyak jarak (Castor Oil). *Warta Teknologi Industri* Vol. VII, No. 1, Juni 2005
2. Kajian Transformasi Risinoleat Minyak Jarak (Castor Oil) Menjadi Linoleat Melalui Reaksi Dehidrasi. *Wacana*, Volume X, No. 13, September 2006.

3. *Estesi Minyak Jarak (Castor Oil) Ditinjau dari Aspek Kimiawi, Harian,*

*Sinar Indonesia Baru (SIB), Medan, 10 November 2007*





## B. CV Anggota Penelitian

### B. 1. Biodata.

1. Nama lengkap : Drs. Jamalun Purba, M. Si
2. Tempat tanggal Lahir : Bangun Purba, 02 Desember 1964
3. Jenis Kelamin : Laki-laki
4. NIP/Go/Jab. Fungsional : 131950151/III-d/Lektor
5. Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
6. Bidang Keahlian : Kimia Organik (Sintesis)
7. Alamat Kantor : Jurusan Kimia FMIPA UNIMED  
Jl. Wilem Iskandar Pasar V  
Medan 20211  
Tlp : 061-6625970
8. Alamat Rumah : Jl. Jamin Ginting Gg. Nangka 16 E  
Padang Bulan Medan  
Tlp/HP: 061-77818464/08153072164

### B. 2. Pendidikan.

No	Institut/Universitas	Tahun Lulus	Spesialisasi
1	IKIP MEDAN	1988	Pend. Kimia
2	KEPPS UGM Yogyakarta	2001	Kimia Organik

### B. 3. Pekerjaan.

No	Tahun	Instansi	Pekerjaan
1	1991 – sekarang	FMIPA UNIMED Medan	Dosen Jurusan Kimia
2	2002 – 2005	FMIPA UNIMED Medan	Ketua Prodi. Kimia
3	2005 – sekarang	FMIPA UNIMED Medan	Ketua Jurusan Kimia

B. 4. Pengajaran Penelitian.

No	Judul Penelitian	Tugas Dalam Penelitian	Tahun
1	Konversi Risinoleat Dari Minyak Jarak (Castor Oil) Menjadi Asam Azelaat	AnggotaPeneliti	SP/IDPP UNIMED 2005
2	Pengolahan Minyak Jarak (Castor Oil) Menjadi Bahan Pewangi (Essen) Sintetik	AnggotaPeneliti	Dana Rutin UNIMED 2005
3	Sintesis 1-(3,4-Dimetoksi Fenil) 2-Propena Turunan Eugenol Minyak Cengkeh sebagai Sex Atractan Lalat Buah	Ketua Peneliti	PPD-HEDS 2005
4	Dehidrasi Risinoleat Minyak jarak (Castor Oil) Menjadi Linoleat dan Karakterisasinya Sebagai Usaha Pengolahan Minyak Jarak Untuk Konsumsi	AnggotaPeneliti	PDM 2005
6	Transformasi Risinoleat Minyak Jarak Secara Dehidrasi Menjadi Linoleat omega 6 dan Linoleat Terkonyugasi	Anggota Peneliti	PI 2007

A. 5. Publikasi.

1. Sintesis 1-(3,4-Dimetoksi Fenil) Propana Dari Minyak Cengkeh. Makalah Seminar Nasional MIPA, Medan, 10 Mei 2001.

2. Isolasi Eugenol Dari Minyak Cengkeh (Syzyum Aromaticum) Dan Usaha Mensintesis Turunan Metil Eugenol Untuk Bahan Baku Obat. Makalah Seminar Hasil Penelitian PPD-HEDS 2003. Padang, 3-4 September 2003.

3. Sintesis 1-(3,4-Dimetoksi Fenil) Format Turunan Eugenol Melalui Pembentukan Metil Eugenol, Jurnal Pendidikan Science Vol. 25 (2B), Maret 2005.

Medan, November 2008

Drs. Jamalum Purba, M. Si

### C. CV Anggota Peneliti 2

#### C.1. Biodata.

1. Nama Lengkap : Drs. Marimon Sinaga, M.Si
2. Tempat Tanggal Lahir : Hutaraja, 10 Februari 1963
3. Jenis Kelamin : Laki - laki
4. NIP/Gaji/Jab. Fungsional : 132150446 III-d/Lektor
5. Fakultas Jurusan : MIPA/ Kimia
6. Bidang Keahlian : Kimia Analitik
7. Alamat Kantor : Jurusan Kimia FMIPA UNIMED  
Jl. Wilem Iskandar Pasar V  
Medan 20211  
Tlp : 061-6625970
8. Alamat Rumah : Jl. Beo Indah No 11  
Medan 20237  
Tlp/Hp: 061-673365/08153044687

#### C.2. Pendidikan.

No	Institut/Universitas	Tahun Lulus	Spesialisasi
1	S IKIP Medan	1988	Pend. Kimia
2	P a S <sub>2</sub> - PPs UGM Yogyakarta	1993	Kimia
3	S <sub>1</sub> - PPs UGM Yogyakarta	1996	Kimia Analitik



C. 3. Pekerjaan.

No	Tahun	Instansi	Pekerjaan
1	1998 - 2001	FMIPA UNPATTI Ambon	Dosen Jurusan Kimia
2	2001 - sekarang	FMIPA UNIMED Medan	Dosen Jurusan Kimia
3	2005 - sekarang	FMIPA UNIMED MEDAN	Ketua Prodi Kimia

C. 4. Pengalaman Penelitian.

No	Judul Penelitian	Tugas Dalam Penelitian	Tahun
1	Konversi Risinoleat Dari Minyak Jarak (Castor Oil) Menjadi Asam Azeleat	AnggotaPeneliti	SPP/DPP UNIMED 2005
2	Pengolahan Minyak Jarak (Castor Oil) Menjadi Bahan Pewangi (Esser) Sintetik	AnggotaPeneliti	Dana Rutin UNIMED 2005
3	Pengembangan Metode Analisis Potensimetri Melalui Sintesis Ionofor Untuk Penentuan Timbal	Ketua Peneliti	PPD-HEDS 2005
5	Sintesis "Turkey Red Oil" dari Minyak Jarak (Castor Oil)	Anggota Peneliti	PDM 2006
6	Analisis Potensimetri Sistem Flwo Injeksi Untuk Penetapan Timbal	Ketua Peneliti	PDM 2006
7	Transformasi Risinoleat Minyak Jarak Secara Dehidrasi Menjadi Linoleat omega 6 dan Linoleat Terkonjugasi	Anggota Peneliti	PF 2007

A. 5. Publikasi.

1. Potensimetri Penentuan Timbal Dengan Elektroda Ion Selektif, *Jurnal Santika*, Vol III, No 2, 2003.

Medan, November 2008

  
Drs. Marudut Sinaga, M. Si

**D. CV Laboran.**

**D. 1. Biografi.**

1. Nama Lengkap : Muhamad Nizam S.Si
2. Tempat Tanggal Lahir : Tebing Tinggi, 02 Maret 1974
3. Jenis Kelamin : Laki-laki
4. NIDK : 132150440111-e
5. Fakultas Jurusan : MIPA Kimia
6. Bidang Keahlian : Laboran Kimia
7. Alamat Kantor : Laboratorium Kimia FMIPA UNIMED  
Jl. Wilem Iskandar Pasar V  
Medan 20411  
Tlp : 061-6625970
8. Alamat Rumah : Jl. Sumantri Brojonegoro No 38  
Medan  
Tlp/HP: 061-77824237/08163181793

**D. 2. Pendidikan.**

No	Institut/Universitas	Tahun Lulus	Spesialisasi
1	D <sub>1</sub> - Kimia Analis USUMedan	1997	Kimia Analis
2	S <sub>1</sub> - FMIPA-UNIMED Medan	2004	Kimia

**D. 3. Pelatihan Yang Pernah Diikuti.**

1. Pelatihan Laboran dan Teknisi di FMIPA ITB Bandung, Juli - Agustus 2003.

Medan, November 2008

Muhamad Nizam, S. Si

DEPARTEMEN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN  
UNIVERSITAS NEGERI MEDAN  
(STATE UNIVERSITY OF MEDAN)  
LEMBAGA PENELITIAN  
(RESEARCH INSTITUTE)

Jl. W. Iskandar Est. A Kotak Pos No.1589 – Medan 20221 Telp. (061) 6636757, 6614402, 6613319, e-mail: unimed@unimed.ac.id

SURAT PERJANJIAN KERJA  
No. 144/H33.8/KI/PP/2008

Pada hari ini Senin tanggal empat belas bulan April tahun dua ribu delapan belas kami yang ditandatangani di bawah ini:

1. Dr. Ridwan A. Sam, M.Si :Ketua Lembaga Penelitian Universitas Negeri Medan, dan atas nama Rektor Unimed, dan dalam perjanjian ini disebut PIHAK PERTAMA.
2. Drs. Marham Situmorang, M.Si :Dosen FMIPA bertindak sebagai Peneliti/Ketua pelaksana penelitian, selanjutnya disebut PIHAK KEDUA.

Kedua belah pihak secara bersama-sama telah sepakat mengadakan Surat Perjanjian Kerja (SPK) untuk melakukan penelitian sebagai berikut :

Pasal 1

Berdasarkan SP2/PP Tahun Anggaran 2008 DP2M Dirjen Dikti Depdiknas, tanggal 6 Maret 2008 Nomor : 003/SP2H/PP/DP2M/II/2008, PIHAK PERTAMA memberi tugas kepada PIHAK KEDUA dan PIHAK KEDUA menerima tugas tersebut untuk melaksanakan/mengkoordinasi pelaksanaan penelitian Fundamental, berjudul :

**"Tranformasi Risinoleat Minyak Jarak Secara Dehidrasi Menjadi Linoleat Omega 6 dan Linoleat Terkonyugasi."**

Yang berada di bawah tanggung jawab/yang diketahui oleh : PIHAK KEDUA dengan masa kerja 8 (delapan) bulan, terhitung sejak diterbitkannya SP2H Dirjen Dikti dan SPK ini ditandatangani.

Pasal 2

1. PIHAK PERTAMA memberikan dana penelitian tersebut pada pasal 1 sebesar Rp. 40.000.000,- (Empat puluh juta rupiah) dilaksanakan secara bertahap.
2. Tahap pertama sebesar 70% yaitu Rp.28.000.000,- (Dua puluh delapan juta rupiah) dibayarkan sewaktu Surat Perjanjian Kerja ini ditandatangani oleh kedua belah pihak.
3. Tahap kedua sebesar 30% yaitu Rp.12.000.000,- (Dua belas juta rupiah) dibayarkan setelah PIHAK KEDUA menyerahkan laporan hasil penelitian kepada PIHAK PERTAMA.

Pasal 3

1. PIHAK KEDUA mengajukan/menyerahkan rincian anggaran biaya (RAB) pelaksanaan penelitian sesuai dengan besarnya dana penelitian yang telah disetujui oleh Dikti dan alokasi dana mengikuti peraturan yang berlaku.
2. Semua kewajiban yang berkaitan dengan pengelolaan keuangan dan aset Negara termasuk kewajiban memungut dan menyetorkan pajak dibebankan kepada PIHAK KEDUA.



Pasal 4

1. PIHAK KEDUA harus menyelesaikan penelitian serta menyerahkan laporan hasil penelitian fundamental kepada PIHAK PERTAMA sebagaimana yang dimaksud dalam pasal 1 (salinan-lambungnya 1 N. pember 2008) sebanyak 8 (delapan) eksemplar, dalam bentuk "Hard Copy" disertai dengan 2 (dua) buah file elektronik "soft Copy" yang berisi laporan hasil penelitian dan naskah artikel ilmiah hasil penelitian dalam format "computer disk (CD)".
2. Sebelum laporan hasil penelitian diserahkan, PIHAK KEDUA melakukan tawar-menawar hasil penelitiannya melalui forum yang dikordinasikan oleh Lembaga Penelitian UNIMED yang pertimbangannya dibicarakan kepada PIHAK KEDUA.
3. Bahan Seminar dimaksud disampaikan ke Lembaga Penelitian Unimed sebanyak 1 (satu) eksemplar, diketik satu setengah spasi ukuran kuarto, disertai file elektronik dalam format MICROSOFT WORD.
4. Bukti Pengeluaran keuangan menjadi arsip pada PIHAK KEDUA atau PIHAK LAIN yang berkepentingan sesuai dengan peraturan yang berlaku.

Pasal 5

1. Apabila PIHAK KEDUA tidak dapat menyelesaikan pelaksanaan penelitian Fundamental sesuai dengan pasal 1 diatas, maka PIHAK KEDUA wajib menyerahkan pelaksanaan penelitian tersebut kepada pengganti yang dianggap mampu menyelesaikannya.
2. Apabila sampai batas waktu masa penelitian ini berakhir PIHAK KEDUA belum menyerahkan hasil penelitian kepada PIHAK PERTAMA, maka PIHAK KEDUA dikenakan denda sebesar 1% perhari dan setinggi-tingginya 5% dari seluruh jumlah dana penelitian yang diterima sesuai dengan pasal 2.
3. Bagi peneliti yang tidak dapat menyelesaikan kewajibannya dalam tahun anggaran berjalan dan proses pencairan Biaya telah berakhir, maka seluruh dana yang belum cair yang belum sempat dicairkan dinyatakan hangus dan PIHAK KEDUA harus membayar denda sebagaimana tersebut diatas kepada Kas Negara.
4. Dalam hal PIHAK KEDUA tidak dapat memenuhi perjanjian pelaksanaan penelitian Fundamental PIHAK KEDUA wajib mengembalikan dana penelitian yang telah diterima kepada PIHAK PERTAMA untuk selanjutnya disetorkan kembali ke Kas Negara.

Pasal 6

Laporan hasil penelitian yang tersebut dalam pasal 4 harus memenuhi ketentuan sbb:

- a. Bentuk kuarto.
- b. Warna cover disesuaikan dengan ketentuan yang ditetapkan Dirjen Dikti.
- c. Dibawah bagian kulit/cover depan ditulis : Dibiayai oleh Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional, sesuai dengan Surat Perjanjian Pelaksanaan Dosen Muda, Fundamental, Hibah Bersaing dan Hibah Pasca Nomor : 003/SP2H/PP/DP2M/III/2008 6 Maret 2008.
- d. Dibagian dalam lembar pengesahan laporan akhir dituliskan Surat Perjanjian Kerja (SPK) di bawah point 3 (Pendanaan dan angka penelitian) Nomor :144/H33.8/K/CP/PI/2008 tanggal 11 April 2008.

Pasal 7

Hak Cipta penelitian tersebut ada pada PIHAK KEDUA, sedangkan untuk penggandaan dan penyebaran laporan hasil penelitian berada dalam PIHAK PERTAMA.

Pasal 8

Surat perjanjian kerja ini dibuat rangkap 5 (lima), dimana dua buah diantaranya dibubuhi materai sesuai dengan ketentuan yang berlaku yang pembiayaannya dibebankan kepada PIHAK KEDUA, satu rangkap untuk PIHAK PERTAMA, satu rangkap untuk PIHAK KEDUA, dan selainnya akan digunakan bagi pihak yang berkepentingan untuk diketahui.

Ifal-hal yang belum diatur dalam Surat Perjanjian Kerja ini akan ditentukan kemudian oleh kedua belah pihak.

PIHAK PERTAMA

Dr. Ridwan A. Sani, M.Si  
NIP.131772614

PIHAK KEDUA

Drs. Marham Sitorus, M.Si  
NIP.131864166

# Transformasi Risinoleat Minyak Jarak Secara Dehidrasi Menjadi Linoleat Omega 6 Dan Linoleat Terkonjugasi

Oleh

Sitorus A<sup>1)</sup>, J. Purba<sup>2a)</sup>, M. Sanga<sup>2b)</sup>

1). Staf Dosen Kimia Organik FMIPA UNIMED Medan (S), Kimia Organik Sintesis FPs UNPAD Padang, 2a). Staf Dosen Kimia Organik FMIPA UNIMED Medan, 2b). Staf Dosen Kimia Analitik FMIPA UNIMED Medan

## ABSTRACT

The ricinoleic of Castor Oil was dehydrated by various dehydrator ( $P_2O_5$ ,  $K_2CO_3$ ,  $H_3PO_4$ ,  $NaHSO_4$ ,  $AlCl_3$ , molecular sieve dan bentonite activated at  $450^\circ C$  with HCL catalyst) on the same condition ( $150^\circ C$ , mol ratio 1:1 and 2 hours ). The starting material was *Refined Ricinus Caster Oil* and the composition of component based on GC-MS were : 85,06 % ricinoleic; 5,56% linoleic; 4,07% octadecanoic; 1,22 % stearic and 0,66 % palmitic. The specific wave number IR spectra of ricinoleic was bendwith  $3411\text{ cm}^{-1}$  caused of hydroxyl (-OH) group at C-12. Dehydrated ricinoleic of Castor Oil in to linoleic (C18 : 2 (9, 12) or omega-6 [C:18:2(9,12)] and conjugated linoleic (CLA) [C18:2(9,11)].

The best dehydrator was  $P_2O_5$  based on determine of three parameters were : Free Fatty Acid (FFA) nearly the same (1,855 % of Castor oil and 2,139 % of DCO), the most increased of Iodum value (49,860 mg/g of Castor oil in to 63,090 mg/g of DCO), and most decreased of hydroxyl number (28,27 mg of Castor oil in to 17,75 mg/g of DCO).

To optimized of dehydration was done by various number of  $P_2O_5$  (3g, 5g and 7g), temperature (room ,  $100^\circ C$  and  $150^\circ C$ ) and time of dehydration ( 2h, 2,5h, 3h and 3,5h). Based on FFA , Iodum value and IR spectra the optimal conditon of dehydration was not found yet. Some of suggested or idea for dehydration were: dehydration by mean base or netral, non oxydator, mol ratio 1:1, temperature ( $100 - 150^\circ C$ ) and time of dehydration 2 - 3,5 h. Based on GC-MS the best DCO (3g  $P_2O_5$ ,  $150^\circ C$  and 3,5 h) were showed that the decrease of ricinoleic 14,13% (85,08% of Castor Oil to 70,93% of DCO) and increased linoleic together with CLA 17,74 % (5,56 of Castor oil to 23,03% of DCO). The wave number of adduct alkene (C=C) group ( $1666,3\text{ cm}^{-1}$ ) of IR spectra of DCO together with GC-MS Chromatogram's to indicated that dehydration of ricinoleic to linoleic (omega-6) and CLA was run.

**Keyword:** *castor oil, risinoleic, dehydration, linoleic dan conjugated linoleic acid*

## I. PENGANTAR.

Linolea (omega - 6) dan linoleat terkonjugasi (*Conjugated Linoleic Acid = CLA*) sangat terbatas sebarannya di alam sebagai nabati dan hewani padahal keduanya merupakan lemak esensial[1-3]. Sebagai nabati linoleat terdapat dalam biji bunga matahari, kedelai dan kemiri[3,28 ,5]. Linoleat terkonjugasi secara biosintesa dihasilkan dari linoleat oleh enzim isomerase pada ternak usus. Beberapa mikroorganisme juga mengandung enzim linoleat isomerase

seperti *Lactobacillus acidophilus* dan *Lactobacillus casei* [33, 36], bakteri dalam asam laktat [34] dan *Lactobacillus reuteri* [35], yang dapat disolasi untuk merubah linoleat alami menjadi CLA baik secara in vivo maupun ruminansia yang dikatalisis oleh *enzim linoleat isomerasi* dari bakteri *Butyrivibrio fibrisolvens* yang dihasilkan in vitro. Sebagai nabati CLA hanya terdapat pada beberapa tumbuhan khas Turki[44]. Dengan demikian kadar CLA dalam daging ternak ruminansia (hewani), susu dan olahannya rendah



yaitu biji [1] dan 1,2% sapi [2], susu 0,98%, krim 1,77%, mentega 0,94% dari total minyak dan lemak [1-2,51].

Secara umum kedua lemak tersebut disarankan untuk konsumsi [7], berfungsi menurunkan kadar kolesterol sehingga berperan untuk mencegah dan mengobati penyakit yang berhubungan dengan penyakit kardio vaskular seperti penyakit jantung, obesitas (kegemukan), dan hipertensi [12,19,23]. Secara spesifik linoleat terkonjugasi (CLA) dapat mencegah penyakit kanker dan tumor [13,67], bersifat antioksidan yang setara dibandingkan dengan Vitamin E, Vitamin C dan BHT [2 - 53], anti peradangan (inflamatori) dan anti osteoarthritis [16 - 17], antibodi dan serum [12, 15, 21], anti atheroskelerosis [18], sebagai suplement makanan pada proses diet [8], mencegah obesitas [10 - 12] dan hipertensi [19] dan lain - lain. Karena CLA mempunyai katan rangkap yang terkonjugasi, maka diyakini dapat mengganti PUFA (*poly unsaturated fatty acid*) seperti *DHA (Docosa heksanoat acid)* dan *EPA (Eicosa pentanoic Acid)* yang berperan dalam perkembangan otak balita [22, 51]. Aktivitas CLA telah berhasil diujikan pada berbagai hewan percobaan sebagai serum [19] dan anti hipertensi untuk tikus percobaan [24], anti atheroskelerosis pada kelinci [20], menghambat pertumbuhan kolon yang diinduksi karsinogenesis pada kulit dan payudara, menurunkan kadar kolesterol jahat (*LDL: low density lipoprotein*) dan atheroskelerosis pada tikus dan kelinci percobaan [18], sebagai anti oksidan CLA efektifitasnya setara dengan anti oksidan yang umum seperti vitamin E, vitamin C (asam askorbat) dan BHT yang diujikan pada radikal - 2, 2 - difenil - 1 - pikrihidrazil (*DPPH*) [52 - 53] dan mempunyai keunggulan yaitu tidak mempunyai efek samping.

Karena spektrum pemanfaatan linoleat (omega - 6) dan CLA yang begitu Minyak jarak mempunyai komponen utama adalah risinoleat dengan struktur yang spesifik yang tidak lazim seperti trigliserida pada umumnya yaitu mempunyai satu gugus hidroksil (-OH)

inse sehingga CLA dianggap sebagai isolah nutrien unik [51], namun karena sebarannya di alam sangat terbatas serta kadar yang relatif rendah menyebabkan sangat sulit untuk mudah merupakan konsumsi masyarakat golongan menengah ke atas padahal kedua lemak tersebut sangat esensial. Oleh karena itu pencarian sumber alternatif linoleat dan CLA yang murah dengan kadar tinggi dan terbarukan adalah hal yang mendorong peneliti untuk memfokuskan kajian pengolahan risinoleat minyak jarak menjadi sumber alternatif linoleat dan CLA.

Minyak jarak sangat potensial dikembangkan sebagai sumber linoleat dan CLA karena disamping kadar lemaknya yang cukup tinggi dalam biji (40 - 50%), juga mengandung risinoleat sebagai komponen yang akan ditransformasi mempunyai kadar tinggi yang dapat mencapai 90% [4, 6, 31, 39, 40]. Penggunaan minyak jarak sebagai bahan baku akan menjadikan minyak jarak sebagai sumber linoleat dan CLA terbarukan (*renewable*), karena budidaya tanaman jarak sebagai produsennya relatif mudah baik secara vegetatif (stek), maupun generatif (biji), umur berproduksi relatif pendek (sekitar 2 tahun) serta tidak menuntut persyaratan kesuburan tanah yang ketat bahkan tumbuh dengan baik di lahan kritis (*marginal*) dan berharga relatif murah [5]. Tanaman ini bahkan sering diabaikan orang karena dianggap sebagai tanaman liar dan gulma [60], padahal sangat potensial, sehingga untuk percepatan pembudidayaannya Amerika Serikat dan Qatar telah menerapkan teknologi rekayasa genetik seperti kultur jaringan [46, 54]. Hal lain yang dianggap mendukung penggunaan minyak jarak sebagai bahan awal adalah karena minyak jarak merupakan kelompok minyak non konsumsi (*non edible oil*) sehingga tidak bersaing dengan minyak konsumsi (*edible oil*) yang sejauh ini diolah menjadi sumber linoleat dan CLA.

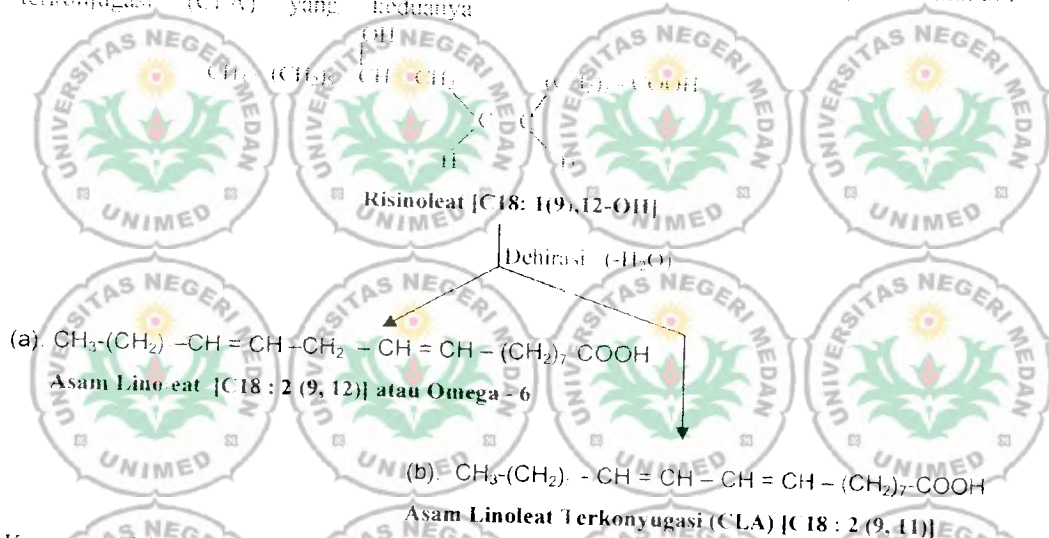
pada rantai samping (R) pada posisi C<sub>12</sub> dan satu ikatan rangkap pada C<sub>9</sub> dengan notasi struktur [*C18: 1 (9), (12 - OH)*], sehingga minyak jarak adalah merupakan kelompok lemak tidak jenuh. Nama kimia



risinoleat adalah 1,2 -hidroksi oktsadokam (9 - cis eno).

Tran formasi risinoleat menjadi linoleat (omega-6) dan linoleat terkonjugasi (CLA) yang keduanya

dikemi sebagai DCO (*Dehydrated Castor Oil*) adalah melalui reaksi dehidrasi yaitu eliminasi air (H<sub>2</sub>O) dari risinoleat dengan persamaan reaksi umum seperti berikut ini.



Karena risinoleat mempunyai dua Hidrogen alpha (H $\alpha$ ) terhadap gugus (OH) yaitu pada C<sub>9</sub> dan C<sub>13</sub> maka akan menghasilkan dua produk yaitu linoleat (omega-6) dengan notasi [C18 : 2 (9, 12)] produk (a) dan asam linoleat terkonjugasi (*Conjugated Linoleic Acid* = CLA) dengan notasi [C18: 2 (9,11)] produk (b) sebagai produk dominan yang dapat mencapai 70%, karena stabilisasi resonansi ikatan rangkap konjugasi [29-31].

Beberapa penelitian terdahulu yang mendukung penelitian ini telah dilakukan baik oleh peneliti maupun oleh peneliti lain yang digunakan sebagai acuan antara lain: dehidrasi isoamil alkohol menjadi alkena [27-26], dehidrasi thermal zeolit etanol menjadi etena [24] dan dehidrasi n-butanol menjadi n-butena sebagai bahan polimer [25-26]. Secara spesifik dehidrasi risinoleat juga telah dikaji secara kualitatif dengan dehidrator difosforpentaoksida (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) [31], serta pengkajian optimasi dehidrator, katalisator dan kondisi reaksi [29] dan dehidrator Asam fosfat namun hasilnya belum optimal dengan konversi reaksi maksimum hanya sekitar 54% [32], padahal dalam minyak jarak dapat

mengandung linoleat alami hingga 16%[4,39][54]. Penggunaan zeolit seperti *molecular sieve* [50] dan *bentonit* dengan katalis asam [49] juga telah dilakukan namun hasil karakterisasi produk DCO tidak sesuai dengan kriteria SNI karena terjadi reaksi samping polimerisasi, autooksidasi dan hidrolisis. Kajian kinetik juga telah dilakukan yang menyimpulkan bahwa dehidrasi risinoleat dapat menghasilkan CLA hingga 70% [29-30]. Untuk keperluan industri khususnya untuk pelumas juga telah dilakukan dehidrasi dengan Natrium bisulfit [47-48] yang tentu saja kriterianya lebih lunak dibanding untuk keperluan konsumsi.

Identifikasi dilakukan dengan pengukuran parameter kimia yaitu kadar asam lemak bebas (ALB/FFA), bilangan Iodium dan bilangan hidroksida minyak jarak dan DCO dilakukan dengan metode titrasi[4,6]. Analisis terhadap komposisi minyak jarak yang digunakan dilakukan dengan Kromatografi Gas - Spektroskopi Massa (GS - MS). Analisis terhadap komposisi asam lemak penyusun lemak telah banyak dilakukan yaitu dengan merubah lemak menjadi *FAME (Fatty Acid Methyl Esthers)* yaitu dengan

merekalsikan lemak dengan NaOH - Metanol [62]. Tujuan derivatisasi ini adalah untuk menurunkan titik didih sehingga cepat dianalisis dengan Kromatografi ataupun GC-MS [38, 55, 59, 68]. Selanjutnya sifat spektroskopi IR dari komponen penyusun minyak jarak juga ditentukan terutama untuk memantau kesempurnaan reaksi melalui identifikasi bilangan gelombang gugus alkena ( $C=C$ )

## 2. METODE PENELITIAN.

### 2.1. Alat dan Bahan.

Peralatan yang digunakan adalah berbagai alat gelas, satu set alat titrasi, satu set alat refluks, oven untuk aktivasi, piknometer, evaporator, spektroskopi IR, Alat Kromatografi gas dan Kromatografi Gas, Spektroskopi Massa (GC-MS). Sedangkan bahan kimia habis pakai yang digunakan adalah : larutan standar yaitu NaOH, KHPatrat,  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ,  $KIO_3$  dan KI, pelarut yaitu petroleum bensin (pe), metanol dan etanol; pereaksi transesterifikasi logam Na-Metanol (Na-Metoksida); dehidrator yaitu:  $P_2O_5$ ,  $K_2CO_3$ ,  $H_3PO_4$ ,  $NaHSO_4$ ,  $Al_2O_3$ , molekular sieve dan bentonit; HCl,  $NaHCO_3$ , gliserol, serbuk logam Cu sebagai anti polimerisasi, anhidrida asetat, reagen penentuan kadar ALB/FFA, reagen Wijs untuk menentukan bilangan Iodium, akuade dan pH universal.

### 2.2. Prosedur Penelitian.

Tetapan fisik yang ditentukan adalah warna dengan pengamatan langsung, berat jenis ( $\rho_{40}$ ) dengan piknometer dan kelarutan dalam alkohol (metanol). Sedangkan penetapan parameter kimia berupa kadar ALB/FFA, bilangan Iodium dan bilangan hidroksida minyak jarak dan DCO ditentukan secara titrasi volumetri. Berikut ini adalah prosedur untuk menentukan komposisi minyak jarak optimasi dehidrator dan optimasi kondisi reaksi.

#### a. Penentuan Komposisi Minyak Jarak.

Sebanyak 25 ml minyak jarak dicampur dengan 25 ml Na-OME (dibuat tersendiri ketika akan digunakan) dalam refluks dengan perbandingan mol (logam

dan hidroksida (OH)) yang dibandingkan dengan DCO. Analisis komposisi DCO dilakukan dengan GC-MS kolom kapiler karena perbedaan sifat kepolaran linolenic ( $\omega_3$ ) dan linoleic terkonjugasi yang rendah sehingga dengan kolom kapiler yang relatif panjang diperoleh pemisahan (resolusi) yang baik [55, 59, 68].

Na-metanol/minyak jarak sekitar 5 : 1. Selanjutnya dilakukan refluks pada suhu  $60 - 90^\circ C$  selama setengah jam. Hasil refluks didinginkan dan lapisan metil ester asam lemak (*Fatty Acid Methyl esters* = *FAME*) diambil dan dinetralkan dengan akuades yang dipantau dengan indikator pH universal. Setelah netral dikeringkan dengan  $Na_2SO_4$  anhidrus dan komposisinya dianalisis dengan alat GC dan GC-MS.

#### b. Optimasi Dehidrator.

Kedalam labu alas bulat 100 ml leher tiga dimasukkan 25 ml minyak jarak yang dilengkapi dengan pengaduk magnet (250 rpm), pendingin dan penangas minyak (gliserol). Selanjutnya ditambahkan sekitar 1g serbuk logam Cu sebagai anti polimerisasi dan refluks dilakukan pada kondisi yang identik (suhu  $150^\circ C$ , waktu refluks 2 jam dan jumlah mol dehidrator 1:1 dengan minyak jarak) dengan variasi dehidrator yang dikaji ( $P_2O_5$ ,  $K_2CO_3$ ,  $H_3PO_4$ ,  $NaHSO_4$ ,  $Al_2O_3$ , molekular sieve dan bentonit yang diaktivasi pada suhu  $450^\circ C$  dengan katalis HCl). Setiap hasil dehidrasi ditentukan parameter kimia berupa : kadar ALB/FFA, bilangan Iodium dan bilangan hidroksida. Berdasarkan analisis perbandingan ketiga parameter tersebut antara minyak jarak dan hasil dehidrasi maka ditentukan *dehidrator yang paling optimal*.

#### c. Optimasi Kondisi Reaksi Dehidrasi.

Selanjutnya dehidrator yang paling optimal dalam hal ini adalah  $P_2O_5$  (diperoleh dari prosedur 4.3.3.1) ditentukan kondisi reaksi optimalnya dengan variasi jumlah (3g, 5g dan 7g), variasi waktu (2 jam, 2,5 jam, 3 jam dan



5.2) dan variasi suhu (suhu kamar, 100°C dan 150°C) efluks. Setiap hasil dehidrasi ditentukan parameter kimia berupa : kadar ALB/FFA dan bilangan Iodium (prosedur). Berdasarkan perbandingan kedua parameter tersebut yang dibandingkan antara minyak jarak dan hasil dehidrasi maka ditentukan *konduksi reaksi dehidrasi yang paling optimal*. Selanjutnya ditemukan alat spektroskopi IR dan komposisi hasil dehidrasi (DCO) dengan

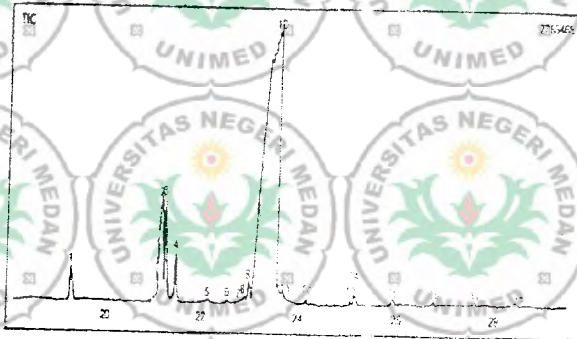
### 3. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN.

#### 3.1. Sifat Fisik Karakteristik Komposisi Dan Spektra IR Minyak Jarak.

Minyak jarak yang digunakan adalah yang telah dimurnikan (*Refined ricinus castor oil*) dengan sifat fisik : warna kuning bening , bau khas biji, berat jenis sebesar 0,951 g/ml (Standar Nasional Indonesia /SNI : 0,957 - 0,963 g/ml), larut sempurna dalam metanol (sesuai dengan SNI). Karakteristik

GC-MS sebagai pendukung kondisi reaksi paling optimal. Berdasarkan spektra IR disimpulkan perubahan intensitas serapan gugus alkena (C=C) dan hidroksil (-OH), sedangkan dari kromatogram ditentukan penurunan kadar risinoleat dan kenaikan kadar linoleat (omega-6) dan linoleat terkonjugasi (CLA).

(parameter kimia) dari minyak jarak yang ditentukan dengan metode titrasi (volumetri) adalah: kadar ALB/FFA 1,855%, bilangan Iodium 49.860 mg/g dan bilangan hidroksida 28,27 mg/g. Komposisi lemak penyusun yang dianalisis dengan GC-MS adalah : 85 % risinoleat, 5,56 % linoleat, 4,07 % oktadekanoat, 1,32% stearat dan 0,92 % palmitat dengan kromatogram seperti Gambar 1 berikut ini.

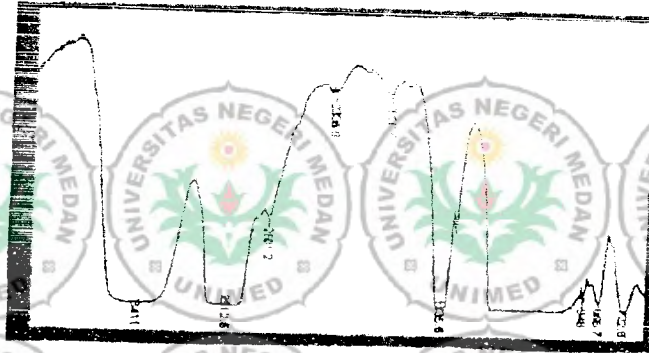


Gambar 1 : Kromatogram komposisi minyak jarak

Sifat spektra IR minyak jarak menunjukkan bahwa gugus fungsi utama adalah hidroksil (-OH) yang ditunjukkan pita serapan pada sekitar 3411 cm<sup>-1</sup> yang berasal dari gugus (-OH) risinoleat (C<sub>12</sub>). Sedangkan gugus utama lain seperti pada minyak atau lemak secara umum adalah gugus karbonil (C=O)

dari gliserida yaitu pada sekitar 1735,6 cm<sup>-1</sup> dan ikatan rangkap (C=C) yang ditunjukkan pita ketiak serapan karbonil mengindikasikan bahwa komponen utamanya adalah risinoleat dengan spektra seperti Gambar 2 berikut ini.





Gambar 2 : Spektra IR minyak jarak

Berdasarkan data sifat fisik, parameter kimia dan komposisi minyak jarak bila dibandingkan dengan SNI mempunyai mutu yang baik.

### 3.2. Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak.

#### a. Pemilihan Dehidrator Kemoselektif.

Pemilihan dehidrator yang paling optimal dilakukan dengan melakukan dehidrasi dengan berbagai dehidrator yaitu :  $P_2O_5$ ,  $K_2CO_3$ ,  $H_3PO_4$ ,  $NaHSO_4$ ,  $Al_2O_3$ , *molekular sieve* dan bentonit aktivasi  $450^\circ C$  - katalis HCl pada kondisi yang identik yaitu : perbandingan mol risinoleat

dehidrator adalah 1:1, suhu  $150^\circ C$  dan waktu refluks selama 2 jam. Refluks tidak dilakukan pada suhu yang terlalu tinggi untuk mencegah terjadinya reaksi oksidasi dan hidrolisis khususnya untuk dehidrator yang bersifat oksidator dan asam. Sedangkan untuk mencegah terjadinya reaksi polimerisasi ditambahkan serbuk logam Tembaga (Cu). Tabel 1 berikut ini adalah rekapitulasi parameter - parameter yang diukur dan merupakan parameter untuk mengevaluasi dehidrator yang paling optimal.

Tabel 1 : Rekapitulasi kadar ALB/FFA, bilangan Iodium dan bilangan hidroksida hasil dehidrasi dengan variasi dehidrator

No	Dehidrator	Kadar ALB/FFA (%)	Parameter Bilangan Iodium (mg/g)	Bilangan Hidroksida (mg/g)
1	Minyak jarak	1,855	49,860	28,27
2	$P_2O_5$	2,139	63,090	17,75
3	$K_2CO_3$	1,873	49,860	25,68
4	$H_3PO_4$	10,800	55,670	28,61
5	$NaHSO_4$	1,870	57,630	21,14
6	$Al_2O_3$	1,870	59,400	18,61
7	Molekular sieve	1,883	60,866	
8	Bentonit/HI	2,830	58,680	

Berdasarkan hasil pada Tabel 1 di atas, maka dari hasil ketiga parameter yang diukur dehidrator yang paling baik dalam penelitian ini adalah  $P_2O_5$ . Dari data diperoleh kadar ALB/FFA tidak mengalami perubahan yang signifikan

yaitu 2,139 mg/g (SNI maks 2 % dan minyak jarak 1,855%), kenaikan bilangan Iodium paling besar yaitu dari 49,860 mg/g untuk minyak jarak menjadi 63,090 mg/g untuk hasil dehidrasi dan penurunan bilangan hidroksida paling besar yaitu dari

28,27 mg/g untuk minyak jarak menjadi 17,750 mg/g untuk hasil dehidrasi.

### b. Optimasi Kondisi Reaksi Dehidrasi.

Faktor-faktor yang dioptimasi adalah jumlah dehidrator, suhu dan waktu.

Tabel 2 : Kadar ALB/FFA dengan variasi jumlah dehidrator waktu reaksi dan suhu reaksi.

Waktu reaksi (Jam)	Kadar ALB/FFA (%)								
	Suhu kamar	3 g		Suhu kamar	5 g		Suhu kamar	7 g	
		100°C	150°C		100°C	150°C		100°C	150°C
2,0	1,280	1,840	1,950	1,740	1,830	1,950	1,710	2,080	2,200
2,5	1,810	1,820	1,850	1,760	1,810	2,050	1,860	1,940	2,360
3,0	1,790	1,870	1,880	1,720	1,890	1,940	1,820	2,010	2,210
3,5	1,801	1,820	1,870	1,830	1,830	1,890	2,010	2,070	2,220

Dari tabel 2 di atas maka hasil dehidrasi risinoleat minyak jarak dengan  $P_2O_5$  dengan variasi jumlah dehidrator, lama reaksi dan suhu refluks secara umum tidak menaikkan harga kadar ALB/FFA secara signifikan (harga disekitar interval yang direkomendasi SNI maksimum 2%). Beberapa kadar ALB/FFA mengalami kenaikan dibanding minyak jarak (1.885 mg/g) bahkan di atas 2 %, dimana hal ini disebabkan pengaruh asam fosfat ( $H_3PO_4$ ) yang dihasilkan oleh reaksi dehidrasi. Secara umum hal yang spesifik diperoleh adalah bahwa tiap jumlah dehidrator dan lama reaksi , maka kadar ALB/FFA mempunyai kecenderungan naik dengan kenaikan suhu . Berdasarkan kajian

dehidrasi, Parameter yang diukur untuk mengevaluasi kondisi reaksi adalah kadar ALB/FFA untuk melihat sejauh mana reaksi samping berupa hidrolisis berlangsung dengan hasil seperti tabel 2 berikut ini.

terhadap kecenderungan data kadar ALB/FFA , maka reaksi dehidrasi risinoleat sebaiknya tidak berlangsung pada suhu yang terlalu tinggi. Selanjutnya untuk efisiensi , maka sebaiknya dilakukan reaksi dengan jumlah dehidrator 3 gram dan lama reaksi 2 jam bahkan kemungkinan lebih rendah . Data ini selanjutnya akan dikonsultasikan dengan data parameter bilangan Iodium untuk menentukan secara keseluruhan kondisi optimum dari reaksi dehidrasi dengan dehidratotor  $P_2O_5$ .

Selanjutnya bilangan Iodium untuk mengukur pertambahan ikatan rangkap dengan hasil pada Tabel 3 berikut ini.

Tabel 3 : Bilangan Iodium dengan variasi jumlah dehidrator waktu refluks dan suhu reaksi.

Waktu reaksi (Jam)	Bilangan Iodium (mg/g)								
	Suhu kamar	3 g		Suhu kamar	5 g		Suhu kamar	7 g	
		100°C	150°C		100°C	150°C		100°C	150°C
2,0	49,190	49,910	51,470	49,980	51,460	51,970	52,350	52,630	56,630
2,5	48,240	49,410	51,430	53,420	51,720	51,440	52,380	52,560	57,140
3,0	48,170	50,220	51,400	50,750	52,190	52,750	53,100	53,100	55,400
3,5	47,230	49,600	51,440	49,980	54,300	49,270	52,010	52,560	63,090

Dari Tabel 3 di atas , maka hasil dehidrasi risinoleat minyak jarak dengan  $P_2O_5$  dengan variasi jumlah dehidrator, lama reaksi dan suhu refluks secara umum

menaikkan harga bilangan Iodium namun mempunyai kenaikan yang tidak teratur (fluktuatif) . Secara umum hal yang spesifik diperoleh adalah bahwa tiap

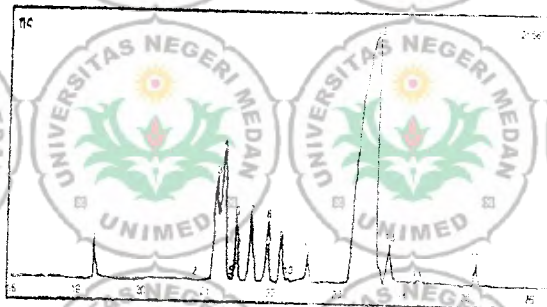


jumlah demerita maka bilangan iodium mempunyai kecenderungan naik dengan kenaikan suhu dan waktu refluks. Berdasarkan kajian terhadap kecenderungan bilangan iodium, maka reaksi dehidrasi risinoleat sebaiknya tidak berlangsung pada suhu yang terlalu tinggi walaupun diperoleh data harga kenaikan bilangan iodium paling besar diperoleh pada suhu refluks  $150^{\circ}\text{C}$  dan waktu refluks 3,5 jam, namun kenaikan secara umum tidak teratur atau fluktuatif.

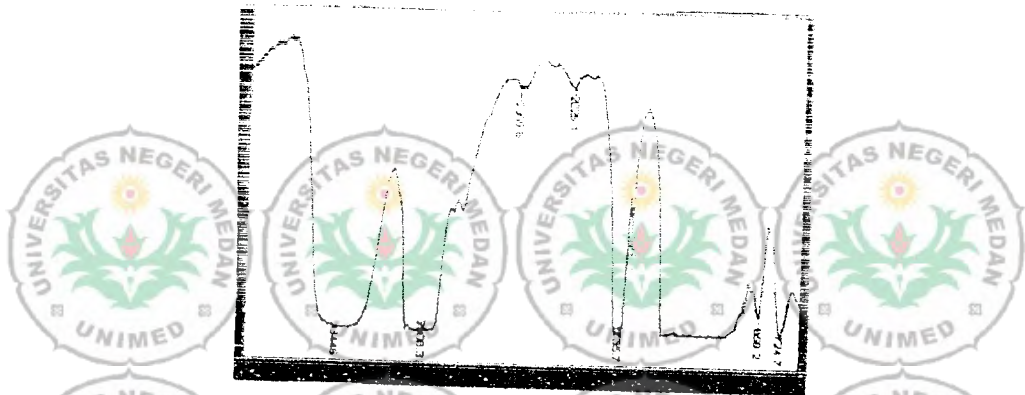
Bila data bilangan iodium ini dikonsultasikan dengan harga kadar ALB/PFA maka akan kontradiktif sehingga belum diperoleh rekomendasi yang spesifik untuk kondisi optimal reaksi dehidrasi risinoleat dengan dehidrator  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Keseluruhan data kadar ALB/PFA

dan bilangan iodium yang diperoleh direkomendasikan sebagai data awal untuk pengkajian lebih mendalam tentang optimasi reaksi dehidrasi risinoleat secara umum dan secara khusus dehidrasi dengan  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

Untuk melihat penurunan kadar risinoleat dan berapa besar kenaikan kadar linoleat, omega-6 dan linoleat terkandung maka dilakukan analisis dengan GC-MS terhadap hasil dehidrasi dengan kondisi paling optimal ( $\text{P}_2\text{O}_5$  7 gram, suhu refluks  $150^{\circ}\text{C}$  dan waktu refluks 3,5 jam). Komposisi hasil dehidrasi adalah : 70,93 % risinoleat, 23,03 % linoleat, 1,58 % stearat, 1,58 % palmitat, 0,76 % oktadekanoat, 0,11 % oleat dan 0,05 % eikosadekanoat yang kromatogramnya adalah seperti Gambar 3 berikut ini.







Gambar 4. Spektre IR hasil dehidrasi dengan  $P_2O_5$  7 gram, suhu refluks  $150^\circ C$  dan waktu refluks 3.5 jam

Pada spektre hasil Gambar 6 di atas, maka gugus (-OH) masih muncul dengan intensitas yang tinggi pada  $3445\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini mengindikasikan masih banyak risinoleat yang belum mengalami dehidrasi menjadi linoleat (omega 6) dan linoleat terkonjugasi (CLA). Namun pertambahan ikatan rangkap nampak jelas dengan munculnya serapan dengan intensitas yang relatif rendah pada bilangan gelombang  $1666.3\text{ cm}^{-1}$ , yang mengindikasikan terbentuknya ikatan rangkap tambahan dari hasil dehidrasi.

Dari hasil dehidrasi dengan variasi dehidrator ( $P_2O_5$ ,  $K_2O_3$ ,  $H_3PO_4$ ,  $NaHSO_4$ ,  $Al_2O_3$ , *molekular sieve* dan bentonit aktivasi  $450^\circ C$  + katalis HCl), maka dari hasil pengamatan terhadap kadar ALB, bilangan Iodium dan bilangan hidroksida mengindikasikan bahwa dehidrator yang paling optimal adalah  $P_2O_5$ . Dehidrator ini tidak menyebabkan kenaikan kadar ALB/FFA yang signifikan (1,855 % untuk minyak jarak dan 2,139 % untuk hasil dehidrasi), kenaikan bilangan Iodium paling besar yaitu dari 49,86 mg/g untuk minyak jarak menjadi 63,09 mg/g untuk hasil dehidrasi dan penurunan bilangan hidroksida paling besar yaitu dari 28,27 mg/g untuk minyak jarak menjadi 17,75% untuk hasil dehidrasi.

Selanjutnya optimasi kondisi dehidrasi dengan  $P_2O_5$  juga belum memberikan hasil yang maksimal dibandingkan dengan hasil yang ideal.

Beberapa temuan yang didapatkan pada kajian optimasi kondisi reaksi ini adalah bahwa variasi jumlah dehidrator tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap perubahan kadar ALB/FFA. Selanjutnya walaupun kenaikan suhu dan lama reaksi mengindikasikan kenaikan bilangan Iodium namun pertambahannya untuk tiap variabel adalah fluktuatif (tidak teratur).

Berdasarkan keterangan di atas maka direkomendasikan adalah bahwa reaksi dehidrasi risinoleat sebaiknya dilakukan: (1). dengan dehidrator bersifat basa atau netral, (2). dengan dehidrator yang tidak bersifat sebagai oksidator, (3). jumlah stoikimetri 1:1, (4). waktu refluks maksimum 3,5 jam, dan (5). Suhu reaksi yang tidak terlalu tinggi ( $100 - 150^\circ C$ ). Beberapa hal yang perlu peneliti kaji lebih lanjut adalah memvariasi suhu yang lebih tinggi dengan kondisi nitrogen untuk mencegah reaksi samping, dan untuk menarik produk eliminasi ( $H_2O$ ), sehingga tidak terjadi reaksi balik (reversibel) berupa reaksi hidrasi atau adisi air.

#### 4. KESIMPULAN DAN SARAN.

##### a. Kesimpulan.

- I. Minyak jarak yang digunakan adalah yang telah dimurnikan (*Refined Castor Oil*) dengan sifat fisik: warna kuning bening, bau khas biji jarak, berat jenis 0,952 g/ml dan larut sempurna dengan metanol, kadar ALB/FFA 1,855 %, bilangan Iodium 49,860 % dan bilangan hidroksida

- 28.270 mg/g mempunyai mutu yang baik berdasarkan SNI.
2. Komposisi minyak jarak yang digunakan adalah : palmitat 0,92 %, *linoleat* 5,6%, oktadekanat 4,07 %, stearat 1,1 % dan komponen utama *risinoleat* 83,06%.
  3. Dari hasil penelitian maka dehidrator yang paling optimal adalah difosforpenaoksida ( $P_2O_5$ ). Pada kondisi yang identik dehidrasi *risinoleat* minyak jarak dengan  $P_2O_5$  tidak menyebabkan perubahan ALB/FFA yang signifikan (1,855 % untuk minyak jarak menjadi 2,139% untuk hasil dehidrasi), menyebabkan kenaikan bilangan lodium paling besar (49,860 mg/g untuk minyak jarak naik menjadi 3,090 untuk hasil dehidrasi) dan menyebabkan penurunan bilangan hidoksida paling besa ( 28,27 mg/g untuk minyak jarak menjadi 17,750 mg/g untuk hasil dehidrasi).
  4. Secara umum kondisi optimal untuk reaksi dehidrasi *risinoleat* menjadi *linoleat* (omega 6) dan *linoleat* terkonjugasi belum diperoleh dalam penelitian ini. Beberapa temuan yang diperoleh adalah : dehidrasi sebaiknya dilakukan dengan dehidrator yang bersifat basa atau netral, untuk meminimalisasi reaksi samping yang tidak dikehendaki sebaiknya dehidrasi tidak dilakukan dengan dehidrator yang bersifat asam dan oksidator perbandingan jumlah dehidrator dengan *risinoleat* sekitar 1:1, dan suhu yang tidak terlau tinggi (100 - 150°C) Variasi waktu refluks tidak memberikan perbedaan yang signifikan sehingga untuk efisiensi waktu refluks sebaiknya dilakukan sekitar 2 - 3,5 jam.
  5. Dehidrasi *risinoleat* dengan dehidrator  $P_2O_5$  memberikan hasil yang optimal pada kondisi : jumlah dehidrator 7g, suhu reaksi 150°C dan waktu refluks 3 jam. Pada kondisi ini maka kadar *risinoleat* turun 14,13% (dari 83,06 % untuk minyak jarak menjadi 70,93% untuk hasil

dehidrasi) dan kadar *linoleat* yang berimpit dengan *linoleat* terkonjugasi (akibar isomer) naik 17,74% (dari 5,56% untuk minyak jarak menjadi 23,03% untuk hasil dehidrasi). Hal ini mengindikasikan bahwa reaksi dehidrasi *risinoleat* telah berlangsung.

#### b. Saran.

1. Perlu dilakukan penelitian komposisi kadar *linoleat* (omega 6) dan *linoleat* terkonjugasi (CLA) hasil dehidrasi dengan resolusi yang tinggi yaitu dengan KCKT/HPLC ion perak (dasar interaksi koordinasi reversibel antara ikatan rangkap dan isomer geometri dengan ion perak) dan Kromatografi Gas (GC-MS) kolom kapiler yang relatif panjang (50 - 100 m).
2. Perlu dilakukan reaksi dehidrasi pada suhu tinggi dengan kondisi Nitrogen dan pengurangan tekanan untuk mencegah reaksi samping oksidasi dan menarik setiap saat  $H_2O$  yang dihasilkan sehingga mencegah reaksi reversibel berupa adisi air (hidrasi).
3. *Linoleat* terkonjugasi (CLA) lebih esensial dibanding *linoleat* (omega-6) sehingga perlu dikaji transformasi *linoleat* (omega-6) menjadi CLA melalui reaksi isomerisasi sehingga semua produk dalam bentuk CLA.

#### 5. PUSTAKA ACUAN.

1. O'Shea A, M, R. Devery, F. Lawless, K. Koeigh and T. Stanton; 2000; Enrichment of The Conjugated Linoleic Acid Content in of Bovine Milk by Dry Fractionation. *Int. Dairy J.* Vol: 10, (pg: 289 - 294).
2. Parodi P.W;1997; Conjugated Linoleic Acid of Milk Fat: *J. Dairy Sci.* Vol. 60, (pg:1550 - 1553).
3. Izul Fallah I, 1985. Isolasi Asam *Linoleat* Dari Minyak Bunga Matahari. *Laporan Penelitian Proyek Pengembangan Ilmu Dan Teknologi FMIPA UGM*, Yogyakarta
4. Jayant;2003; WorthCastor Oil;<http://www.Indialog.Com/Jayant/Uses.Htm>



5. Simpi, M. 2009. *Keimmunitas Limak: Pusat Penelitian Dan Pengembangan Tanaman Obat UNA-P.10*. Jakarta.
6. Standar Nasional Indonesia (SNI): 01-1291-1990. Minyak Hiju Jarak: *Desa Standar Nasional (DSN)*. Jakarta.
7. Fernik, C. L. 2003. Conjugated Linoleic Acid in Lipid Functional Food and Nutraceutical. *The Oily Press*, (pg. 291-318).
8. Zamboni, K. L., N. L. Keim, M. D. Van Loan, B. Gale, P. Benito, and G. J. Nelson. 2000. Conjugated Linoleic Acid Supplementation of Humans: Effects on Body Composition and Energy Expenditure. *Lipids*, Vol. 55, (pg.777-782).
9. Jahreis, G. J., Kraft, F., Tischendorf, F., Schonk, and G. von Loetfelholz. 2000. Conjugated Linoleic Acid: Physiological Effects in Animal and man with Special Regard to Body Composition. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, Vol.130, (pg: 695-713).
10. Blanksen, H. J. A., Stakkestad, H., Fagertun, E., Thorn, J., Wadstein, and O. Gudmundsen. Conjugated Linoleic Acid Reduced Body Fat Mass in Overweight and Obese Humans. *J. Nutr.*, Vol. 130, (pg. 2943-2948).
11. Petridou, A., Mougios, and Sagredos. 2003. Supplementation with CLA: Isomer Incorporation into Serum Lipids and Effect on Body Fat Women. *Lipids*, Vol. 38, (pg. 805-811).
12. Malpuech, B.C., W.P.H.G. Van de Venne, E.P. Mensick, M. A. Arrial; B. Mario, M. Brandolini; A. Soebo, T. S. Fasse, J. M. Chardigny, J. L. Schedio and B. Beaulfrere. 2004. Effects of Two Conjugated Linoleic Acid Isomers on Body Fat Mass in Overweight Humans. *Obesity Res*, Vol. 12, (pg.571-598).
13. Field, C. J and P.O. Schley. 2004. Evidence for Potential Mechanisms for The Effect of Conjugated Linoleic Acid on Tumor Metabolism and Immune Function. *Am. J. Clin. Nutr.*, Vol. 79, (pg. 1190-1198).
14. Albers R, R.P.J. Van der Wielen, J.J. Brink, H. E. J. Hendriks, V. N. D. Taran, and L.C.M. Mohede. 2003. Effects of cis-9, trans-11 and trans-10, cis-12 Conjugated Linoleic Acid (CLA) Isomers on Immune Function in Healthy Men. *Eur. L. Clin. Nutr.*, Vol. 57, (pg. 595-6003).
15. Kettes, D.N., J. M. Warren, A. J. Simon, G. Paroloni, B. E. Mackey and K. L. Jackson. 2001. Similar Effect of cis-11 and trans-12 CLA on Immune Cell Function in Mice. *Lipids*, Vol. 36, (pg. 125-129).
16. Sisco, L. J., H. H. Lee, J. L. and R. A. Walker. 2000. Differential Production of Inflammatory Mediators in Human Osteoarthritis by Conjugated Linoleic Acid. *Lipids*, Vol. 35, (pp.160-166).
17. Bangsaganya, R., R. Hontecillas, and D.C. Beitz. 2002. Colonic Anti-inflammatory Mechanism of Conjugated Linoleic Acid. *Clin. Nutr.*, Vol. 21, (pg. 451-459).
18. McLeod, R. S., A. M. LeBlanc, M. A. Langille, P. I. Mitchell, and D. L. Currie. 2004. Conjugated Linoleic Acid Atherosclerosis and Hepatic Very Low Density Lipoprotein Metabolism. *Am. J. Clin Nutr.*, Vol. 79, (pg.1169-1174).
19. Nagao, K., N. Inoue, Y. M. Wang, J. Hirata, Y. Shimada, T. Nagao, T. Matsui, and T. Yanagita. 2003. The trans-10, cis-12 Isomer of Conjugated Linoleic Acid Suppresses the Development of Hypertention in Otsuka Long-Evans Tokushima fatty rats. *Biochem. Biophys. Res. Commun.*, Vol.36, (pg.134-138).
20. Kritechevsky, D. S., A. Tepper, S. Wright, P. Tso, and S.K. Czarnecki. 2000. Influence of Conjugated Linoleic Acid (CLA) on Establishment and Progression of Atherosclerosis in Rabbits. *J. Am. Coll. Nutr.*, Vol. 19, (pg.472-477).
21. Salminen, E. M., M. Mutanen, M. Jauhainen, and A. Aro. 1998. Dietary trans Fatty Acid Increase Conjugated Linoleic Acid in Human Serum. *J. Nutr. Biochem.*, Vol. 9, (pg. 93-98).
22. Mawarni R. 2006. Asam Lemak Terkonjugasi: Penurunan Timbunan Lemak. *Pusat Kajian Makanan Dan Obat Tradisional; Lembaga Penelitian UNDP*, Semarang.
23. Laniwati M. 1999. Kajian Awal Dehidrasi N-Butanol Menjadi Senyawa Baten Dengan Katalis Analsim. *Prosiding Seminar Nasional Fundamental Dan Aplikasi Teknik Kimia*; (Tanggal : 24-25 Nopember, 1999). Surabaya.



17. Histonian P, Y. Chaidani, J. Mann, N. Leblanc and H. Inopres. 2008. Altered Lipids Response in Hamsters Fed cis-9 trans-11  $\omega$ -trans-8, cis-10 Conjugated Linoleic Acid Mixture. *Lipids* Vol. 43 No. 3, pp: 251-259.
18. Vickers, A.R. 2008. High Efficiency TAME Analysis Using Capillary GC. *GC-Asia Pacific Solution for Separation Scientists* Vol.11 No. 2, pp:102-116.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi (DIKTI) Departemen Pendidikan Nasional yang mendanai Penelitian ini melalui proyek Penelitian Fundamental (PF) untuk Tahun Anggaran 2008/2009.

