

LAPORAN PENELITIAN RISET GRANT



PRODUKSI CLA (*CONJUGATED LINOLEIC ACID*) DARI RISINOLEAT MINYAK JARAK (*CASTOR OIL*)

Oleh:

**Dr. Marham Sitorus, M. Si
Drs. Bazoka Nainggolan, MS**

**Dibiayai Oleh Dana PO UNIMED
SK Rektor No: 0486/UN33.1/KEP/2011
Tanggal: 30 Mei 2011**

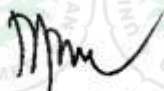
**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI MEDAN
NOVEMBER, 2011**

HALAMAN PENGESAHAN LAPORAN PENELITIAN RISET GRANT


1. Judul	Produksi CLA (<i>Conjugated Linoleic Acid</i>) dari Risinoleat Minyak Jarak (<i>Castor Oil</i>)
2. Payung Penelitian/Tema Penelitian	Pemanfaatan dan pengolahan botani dan hayati untuk bahan baku obat/[12]. Pengembangan pemanfaatan metabolit untuk obat dan vaksin
3. Ketua a. Nama Lengkap dan Gelar b. Pangkat, Golongan, NIP c. Jurusan/Fakultas d. Bidang Keahlian e. Alamat Rumah Nomor telepon/HP Email	Dr. Marham Sitorus, M.Si Lektor Kepala, IV/a, 196301011989031004 Kimia/MIPA Kimia Organik (Sintesis) Jl. Sehati Gg. Sepakat No 6 MEDAN 061-6623957/081533701863 marham.sitorus@gmail.com
4. Nama Anggota	1. Drs. Bazoka Nainggolan, MS
5. Nama Mahasiswa yang dilibatkan	1. Putri Ika H Turnip 2. Nataulita Sihotang
6. Waktu Pelaksanaan	Enam (6) bulan
7. Biaya yang diperlukan a. Sumber dari UNIMED b. Sumber lain c. Jumlah	Rp 10.000.000,- Rp 0,- Rp 10.000.000,0 (<i>sepuluh juta rupiah</i>)

Medan, 20 Oktober 2011
Ketua Peneliti,

Ketua Jurusan



Drs. Jamalum Purba, M.Si
NIP. 196412071991031002



Dr. Marham Sitorus, M.Si
NIP. 196301011989031004

Menyetujui
Ketua Lembaga Penelitian UNIMED

Mengetahui,
Dekan FMIPA UNIMED



PRODUKSI CLA (*CONJUGATED LINOLEID ACID*) DARI RISINOLEAT MINYAK JARAK (*CASTOR OIL*)

RINGKASAN

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan dehidrator dan kondisi berupa suhu, waktu dan jumlah dehidrator 1 pada dehidrasi risinoleat menghasilkan minyak jarak terdehidrasi (*DCO = dehydrated castor oil*) yaitu campuran linoleat dan linoleat terkonjugasi (*CLA = conjugated linoleic acid*). Dehidrasi dilakukan dengan memvariasi jenis dehidrator, suhu, waktu dan jumlah dehidrator, secara refluks dengan aliran gas nitrogen yang dilewatkan serbuk magnesium, pengurangan tekanan yang dilewatkan melalui silika gel pink hasil dehidrasi dan penambahan serbuk Zn sebagai agen antipolimerisasi. Hasil dehidrasi diikuti dengan GC untuk menentukan laju pengurangan risinoleat dan laju pertumbuhan linoleat dan CLA. Selanjutnya ditentukan cara yang sesuai untuk mendehidrasi linoleat dalam DCO menjadi CLA. Hasil dianalisis dengan GC dan identifikasi dengan FTIR, UV dan alat GC – MS yang dibandingkan dengan data standar. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dehidrator paling baik adalah P_2O_5 dengan kondisi pada suhu $200^{\circ}C$, dengan 3% (w/w) P_2O_5 , dan waktu 4 jam dengan *yield* sebesar 97,94%. Selanjutnya teknik isomerisasi yang sesuai adalah dengan NaOH tanpa pelarut dengan kenaikan CLA sebesar 1,97%. Komposisi hasil dehidrasi terbaik adalah: linoleat (9c – 12c) 12,13 %; linoleat (9c/t – 12t/c) 41,41%; CLA (9c/t – 11t/c) 11,72 %; CLA (9t – 11t) 22,27% dan sisa risinoleat 0,47%.

PRODUCTION OF CLA (CONJUGATED LINOLEIC ACID) FROM RICINOLEIC OF CASTOR OIL

ABSTRACT

The aim of this research is to find out the optimal dehydrator and temperature, time and amount of dehydrator on dehydration of ricinoleic of castor. Dehydration as means to obtain linoleic and CLA (conjugated linoleic acid) named is DCO (dehydrated castor oil). The others aim is to find out suitable method for linoleic isomerization of DCO into CLA. Dehydration was carried out using various kind of dehydrator, temperature, time and amount of dehydrator. The reaction medium was maintained under vacuum through by silica gel, gentle bubbling with nitrogen thorough by Mg, and used Zn powder as an antipolymerized agent. Dehydration was followed by GC and identification analyzed by FTIR, UV and GC- MS and the data was compared with the standard. The best result was obtain by P_2O_5 for $200^{\circ}C$, 3% (w/w) P_2O_5 , and 4 h with a conversion factor (yield) of 97,94%. The best isomerization was conducted by NaOH without solvent with a conversion factor of 1.97 %. The composition was: linoleic (9c – 12c) 12,13 %; linoleic (9c/t – 12t/c) 41,41%; CLA (9c/t – 11t/c) 11,72 %; CLA (9t – 11t) 22,27% and 0,47% residual ricinoleic.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa karena berkat dan rahmatNya maka penelitian dan laporan dengan judul: RODUKSI CLA (*CONJUGATED LINOLEID ACID*) DARIRISINOLEAT MINYAK JARAK (*CASTOR OIL*) dapat dilakukan sesuai jadwal yang ditentukan. Penelitian ini secara keseluruhan mengkaji tentang dehidrator dan kondisi optimal untuk mendehidrasi risinoleat minyak jarak menjadi campuran linoleat dan linoleat terkonjugasi (*CLA = conjugated linoleic acid*) yang dikenal sebagai minyak jarak terdehidrasi (*DCO = dehydrated castor oil*). Selanjutnya dikaji teknik isomerisasi yang sesuai untuk mengisomerisasi linoleat dalam DCO agar CLA yang dihasilkan maksimal.

Penelitian dan laporan ini dapat terlaksana dengan baik, karena dukungan berbagai pihak, maka penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. DIPA UNIMED yang mendanai penelitian ini melalui Hibah Riset Grant
2. Ketua Jurusan Kimia, Dekan FMIPA dan Kepala Lembaga Penelitian UNIMED yang membantu kelancaran Administrasi.
3. Kepala laboratorium Kimia UNIMED yang menyediakan fasilitas Penelitian
4. Kepala Laboratorium SOCI (Sinar Oleochemical International) atas analisis GC dan Kepala Laboratorium Kimia Organik dan Instrumen Jurusan Kimia UGM atas perekaman data FTIR, UV dan GC-MS

Penulis menyadari bahwa penelitian ini belum sempurna, maka saran masukan dan kritik sangat diharapkan dari berbagai pihak untuk menyempurnakannya. Semoga hasil penelitian ini bermanfaat bagi siapa saja yang membacanya.

Medan, Oktober 2011

Penulis

Dr. Marham Sitorus, M.Si

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	ii
RINGKASAN	iii
ABSTRACT	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vi
BAB I PENDAHULUAN	1
1. 1. Latar Belakang	1
1. 2. Rumusan Masalah	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2. 1. Asam Linoleat Terkonjugasi	4
2. 2. Dehidrasi Dan Isomerisasi Risinoleat Menjadi CLA	5
2. 3. Pengaruh Waktu, Suhu, dan Jumlah Pereaksi Terhadap Laju Reaksi	7
2. 4. Dehidrasi Linoleat Minyak Jarak Hasil Dehidrasi Menjadi Asam Linoleat Terkonjugasi	8
BAB III TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	10
3. 1. Tujuan Penelitian	10
3. 2. Manfaat Penelitian	10
BAB IV METODE PENELITIAN	11
4. 1. Tempat Dan Waktu Penelitian	11
4. 2. Alat Dan Bahan	11
4. 2. 1. Peralatan Yang Digunakan	11
4. 2. 2. Bahan Kimia habis Pakai	11

4. 3. Prosedur Penelitian	12
4. 3. 1. Studi Dehidrator Pada Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak	12
4. 3. 2. Studi Waktu, Suhu dan Jumlah Dehidrator Pada Dehidrasi Risinoleat Minyak jarak	12
4. 3. 3. Isomerisasi Linoleat Pada Minyak Jarak Terdehidrasi	13
BAB V	HASIL DAN PEMBAHASAN
5. 1. Komponen Minyak jarak	15
5. 2. Studi Jenis Dehidrator Pada Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak	17
5. 3. Dehidrasi Risinoleat Minyak jarak Dengan P_2O_5 Pada Kondisi Optimal	23
5. 4. Analisis Hasil Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak Dengan Dehidrator P_2O_5 Pada Kondisi Optimal Dengan GC – MS	25
5. 6. Isomerisasi Linoleat Pada Minyak Jarak Hasil Dehidrasi Menjadi Asam Linoleat Terkonjugasi	31
BAB VI	KESIMPULAN DAN SARAN
6. 1. Kesimpulan	36
6. 2. Saran	37
	DAFTAR PUSTAKA
	38
	LAMPIRAN
	41
	DRAFT ARTIKEL PUBLIKASI
	74

BAB I

PENDAHULUAN

1. 1. Latar Belakang

Asam linoleat terkonjugasi (*CLA = conjugated linoleic acid*) bersifat bioaktif. Bioaktivitasnya adalah mencegah dan mengobati berbagai penyakit (Liangli, 2001, Liangli *et al.*, 2002 dan Field *et al.*, 2004), namun secara alami hanya terdapat pada hewan ruminansia dengan kadar yang sangat rendah (Baumann *et al.*, 1999), sehingga pencarian sumber alternatif CLA adalah kajian yang potensial dan berprospek ekonomi tinggi. Beberapa kajian sumber alternatif CLA yang telah dilakukan adalah: transformasi linoleat berbagai minyak nabati, namun konversinya sangat rendah, terjadi berbagai reaksi samping, dan tidak bersaing karena menggunakan bahan dasar minyak nabati yang dikonsumsi. Isolasi CLA dari produk alami tidak mencukupi, karena kelimpahannya yang sangat rendah. Sintesa dengan mikroorganisme juga telah dilakukan dengan selektivitas yang tinggi, namun biayanya mahal, rumit dan sulit mendisain reaktor yang anaerob (Rainno *et al.*, 2001 dan Ando *et al.*, 2003).

Penelitian ini akan menjadi solusi permasalahan di atas dengan mengkaji risinoleat dalam minyak jarak (*castor oil*) sebagai sumber alternatif CLA yang murah, melimpah dan terbarukan melalui tahapan reaksi dehidrasi dan isomerisasi. Risinoleat adalah merupakan komponen utama dari minyak biji tanaman jarak (*Ricinus Communis Linn*) dengan kadar antara 80 – 90% (Oshea, 2000). Risinoleat adalah asam lemak dengan satu ketidakjenuhan pada C₉ dan mengandung gugus hidroksil pada atom C₁₂ dengan nama kimia 12-hidroksi – 9cis oktadekanoat. Risinoleat merupakan satu-satunya komponen minyak jarak yang tidak dikonsumsi (*non edible*), maka konversi risinoleat melalui tahap

dehidrasi dan isomerisasi menjadi CLA akan menaikkan nilai ekonomis minyak jarak tersebut secara khusus dan tanaman jarak secara umum.

Risinoleat selain mengandung gugus alkohol juga mengandung gugus alkena dan triester, sehingga tidak semua jenis dehidrator dapat digunakan untuk mendehidrasinya, karena dapat menyebabkan reaksi samping terhadap gugus lain. Pada tahap dehidrasi penelitian ini akan mengkaji dehidrator yang kemosелеktif untuk mendehidari risinoleat minyak jarak. Selanjutnya ditentukan kondisi reaksi optimal terhadap dehidrator kemosелеktif yang diperoleh yaitu waktu, suhu dan jumlah dehidrator melalui pengkajian hubungan antara laju reaksi dengan ketiga faktor tersebut melalui parameter perubahan konsentrasi baik laju pengurangan reaktan maupun laju penambahan produk.

Dehidrasi risinoleat akan menghasilkan dua produk yaitu linoleat dan asam linoleat terkonjugasi (CLA = conjugated linoleic acid) atau DCO (*dehydrated castor oil*), sehingga untuk mendapatkan CLA yang maksimal, maka tahapan berikutnya adalah mengisomerisasi linoleat menjadi CLA. Reaksi isomerisasi terhadap ikatan rangkap umumnya dikatalisis oleh basa kuat seperti KOH atau NaOH dalam metanol. Katalis KOH dan NaOH dalam metanol tidak dapat diaplikasikan untuk mengisomerisasi linoleat, karena akan menyebabkan reaksi penyabunan dan transesterifikasi (Villeneuve *et al.*, 2005). Dalam penelitian ini telah dikaji modifikasi metode untuk mengisomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA. Metode modifikasi yang diaplikasikan adalah dengan KOH tanpa pelarut dan KOH dengan pelarut n-butanol. Kedua metode ini diharapkan akan meminimalisasi reaksi penyabunan dan transesterifikasi, karena n-butanol yang lebih non polar dibanding metanol, sehingga tidak membentuk alkoksida dengan basa.

Analisis dan identifikasi dilakukan dengan peralatan GC, FTIR, UV dan GC - MS yang dibandingkan dengan data standar. Optimasi jenis dehidrator untuk mendapatkan

dehidrator kemoSelektif dan kondisi optimal berupa suhu, waktu dan jumlah dehidrator kemoSelektif ditentukan berdasarkan analisis GC. Hasil optimal untuk dehidrasi adalah yang menyebabkan laju pengurangan risinoleat dan laju penambahan linoleat dan CLA paling tinggi. Sedangkan untuk isomerisasi adalah yang menyebabkan laju penambahan CLA paling tinggi. Identifikasi dilakukan dengan perekaman spektran UV dan FTIR khususnya untuk mengidentifikasi gugus kromofor yaitu ikatan rangkap konjugasi dari CLA. Komposisi minyak jarak, hasil dehidrasi dan isomerisasi optimal ditentukan dengan alat GC-MS.

1. 2. Rumusan Masalah

1. Dehidrator apa yang kemoSelektif untuk mendehidrasi risinoleat minyak jarak (castor oil) menjadi minyak jarak terdehidrasi (*DCO = dehydrated castor oil*) yaitu campuran linoleat dan asam linoleat tekonjugasi (*CLA = conjugated linoleic acid*).
2. Bagaimana kondisi optimal yaitu: suhu, waktu dan jumlah dehidrator untuk dehidrator kemoSelektif yang diperoleh pada [1].
3. Metode atau teknik apa yang sesuai untuk mendehidrasi linoleat dalam *DCO* menjadi *CLA*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2. 1. Asam Linoleat Terkonjugasi

Asam Linoleat Terkonjugasi (*CLA = conjugated linoleic acid*) terbatas diproduksi oleh makhluk hidup hanya secara hewani oleh ternak ruminansia dengan kadar yang rendah (Parodi, 1997 dan Bauman *et al.*, 1999), padahal sangat esensial untuk mencegah dan mengobati berbagai macam penyakit (Wisnu, 2003). Dalam tumbuhan yang diproduksi adalah linoleat seperti pada: bunga matahari (Fallah, 1985), kacang kedelai (Brahmana, 1989), minyak zaitun dan minyak kemiri (Barus, 2007) dan beberapa biji tumbuhan khas Negara Turki famili *Rosacea* (Ozgul, 2005). Biosintesa CLA dalam ternak ruminansia adalah dengan merubah linoleat yang dikonsumsi dari tumbuhan secara isomerisasi oleh enzim isomerase dari bakteri *Butyrivibrio fibrisolvens* yang terdapat dalam rumen (Wisnu, 2003). Kadar CLA dalam daging hewan ruminansia, susu dan produk olahannya sangat rendah yaitu : biri – biri (domba) 1,2 %, sapi 0,6%, susu 0,98%, krim 0,77%, mentega 0,94% dari total minyak atau lemak (Parodi, 1997 dan Wisnu 2003).

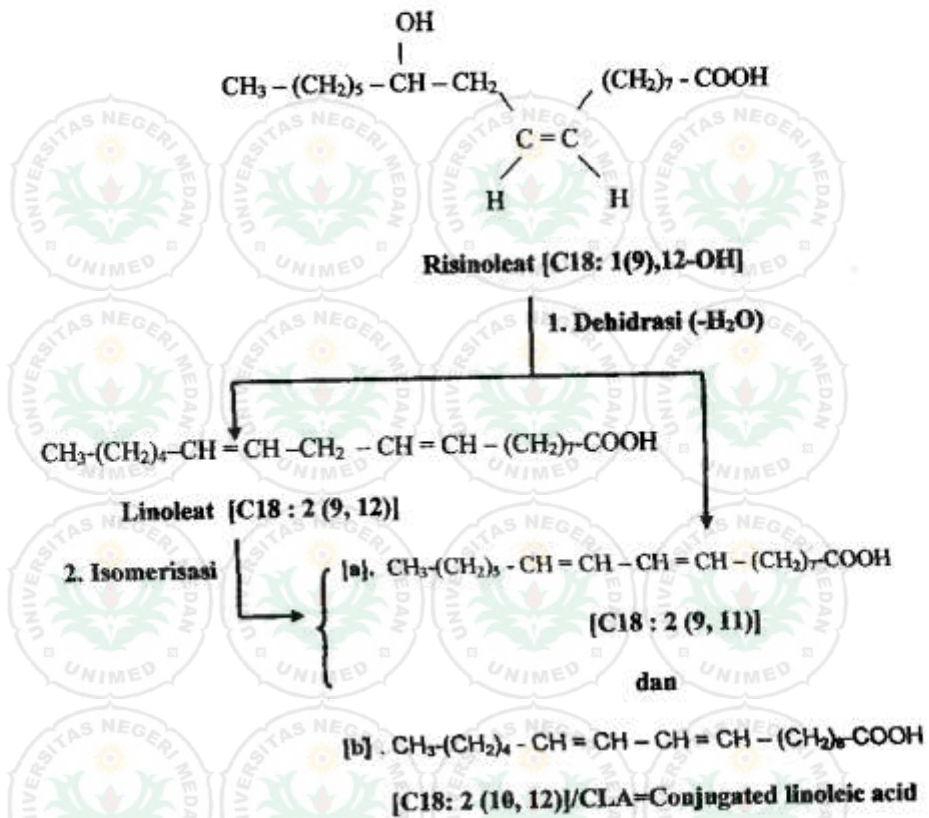
Beberapa bioaktivitas CLA adalah mencegah dan mengobati berbagai macam penyakit seperti hipertensi (Nagao *et al.*, 2003 dan Mawarni 2006), kanker dan tumor (Field *et al.*, 2004), antioksidan (Liangli, 2001 dan Liangli *et al.*, 2002), anti osteoarthritis (Shen *et al.*, 2004), anti peradangan (*inflamantori*) (Bangsaganya *et al.*, 2002), antibodi dan serum (Petridou *et al.*, 2003), anti atheroskeloresis (McLeod *et al.*, 2004) dan obesitas (Malpuegch *et al.*, 2004). Selanjutnya ikatan rangkap terkonjugasi pada CLA diyakini dapat mengganti fungsi *PUFA (poly unsaturated fatty acid)* seperti *DHA (Docosaheksanoat acid)* dan *EPA (Eicosa pentanoic Acid)* yang berperan dalam perkembangan otak balita dan kesehatan indera mata (Brahmana, 1989).

Bioaktivitas CLA telah berhasil diujikan pada berbagai hewan percobaan sebagai serum (Kelley *et al.*, 2002), anti hipertensi untuk tikus percobaan (Nagao *et al.*, 2003), anti atherosklerosis pada kelinci (Krithchevsky, 2000), menghambat pertumbuhan kolon yang diinduksi karsinogenesis pada kulit dan payudara, dan menurunkan kadar kolesterol jahat (*LDL: low density lipoprotein*) dan aterosklerosis pada tikus serta kelinci percobaan (Wisnu, 2003). Sebagai anti oksidan CLA efektivitasnya setara dengan anti oksidan yang umum seperti vitamin E, vitamin C (asam askorbat) dan BHT yang diujikan dengan metoda DPPH (*radikal 2, 2-difenil-1-pikrihidrazil*) namun kelebihanannya tidak berefek samping (Liangli, 2001 dan Liangli *et al.*, 2002). Dengan demikian senyawa CLA sangat esensial dengan fungsi yang berspektrum luas, namun sejauh ini masih merupakan konsumsi masyarakat golongan menengah ke atas karena harga bahan konsumsi yang mengandung CLA yang relatif mahal dan produksi alamiah sangat terbatas. Untuk kebutuhan asupan di Amerika diperoleh dari konsumsi daging sapi (sebanyak 76%) dan di Eropa dari konsumsi keju (sebanyak 83%) (Parodi, 1997). Oleh karena itu pencarian sumber alternatif ALT yang murah, melimpah, murni (sehingga bioaktivitasnya optimal) dan terbarukan adalah hal yang sangat perlu dan merupakan bidang kajian penelitian yang potensial dan berprospek ekonomi tinggi.

2. 2. Dehidrasi dan Isomerisasi Risinoleat Menjadi CLA

Risinoleat merupakan komponen utama minyak jarak (*castor oil*) yang dihasilkan dari biji tanaman jarak (*Ricinus Communis* Linn) dengan kadar yang dapat mencapai 90 % (Sinaga, 2006, Sitorus *et al.*, 2006 dan Villeneuve *et al.*, 2005). Risinoleat mempunyai gugus hidroksil (-OH) pada rantai samping (-R) dengan notasi [C:18 :1(9),12-OH] dengan nama kimia 12- hidroksi - 9 - cis enoat. Melalui dua tahapan reaksi yaitu dehidrasi dan

isomerisasi risinoleat dapat ditransformasi menjadi CLA dengan persamaan reaksi dalam bentuk asam lemak adalah sebagai berikut .



Reaksi tahap satu adalah reaksi eliminasi air (dehidrasi) yang menghasilkan minyak jarak terdehidrasi (*DCO = dehydrated castor oil*). Karena risinoleat mempunyai dua Hidrogen alpha (Ha) terhadap gugus (OH) yaitu pada C₁₀ dan C₁₁ maka DCO terdiri dari dua produk yaitu linoleat dengan notasi struktur [C18 : 2 (9, 12)] dan ALT dengan notasi struktur [C18 : 2 (9, 11)] yaitu produk [a] sebagai produk dominan yang dapat karena stabilisasi resonansi ikatan rangkap konjugasi (Bhowimik and Sarma , 1987 dan Priest,1997) . Produk yang diinginkan (ditargetkan) adalah semua produk dalam bentuk CLA, maka selanjutnya dilakukan reaksi isomerisasi (perpindahan ikatan rangkap)

terhadap linoleat pada DCO. Posisi dua ikatan rangkap pada linoleat adalah terisolasi yang dipisahkan dua ikatan tunggal, maka ada dua jenis perpindahan ikatan rangkap yang menghasilkan dua jenis CLA dengan kemungkinan yang sama yaitu: dari C_9 ke C_{10} menghasilkan produk [b] dengan notasi struktur [C18: 2 (10, 12)] dan dari C_{12} ke C_{11} menghasilkan produk [a] dengan notasi [C18 : 2 (9, 11)]. Risinoleat selain mengandung gugus (-OH) mempunyai dua gugus fungsi lain yaitu alkena dan triester, sehingga dehidrator harus kemoselktif agar tidak terjadi reaksi samping. Selanjutnya pada isomerisasi linoleat menjadi CLA, agen pengisomerasi yang umum digunakan yaitu basa KOH atau NaOH dalam metanol tidak dapat diaplikasikan karena akan terjadi reaksi penyabunan dan transesterifikasi menjadi lemak. Penelitian ini mengkaji dehidrator kemoselktif dan memodifikasi metode isomerisasi untuk mendapatkan produk CLA yang maksimal.

2. 3. Pengaruh Waktu Suhu Dan Jumlah Pereaksi Terhadap Laju Reaksi.

Pada prakteknya tidak ada reaksi senyawa organik yang sempurna yang berarti reaktan akan habis pada waktu tidak berhingga. Kesempurnaan reaksi disimpulkan berdasarkan asumsi yaitu pada saat waktu dimana tidak terjadi lagi laju pengurangan reaktan (konsentrasi konstan). Dengan demikian hubungan laju reaksi dalam hal ini laju pengurangan konsentrasi reaktan dengan waktu adalah asimtotis.

Suhu adalah faktor eksternal yang umum dikaji untuk meningkatkan laju reaksi. Secara umum kenaikan suhu akan menaikkan laju reaksi, karena akan menaikkan energi kinetika molekul, sehingga menaikkan frekuensi tumbukan. Berdasarkan hukum distribusi Maxwell – Boltzman tentang teori tumbukan maka kenaikan suhu akan menaikkan fraksi molekul yang mencapai energi aktivasi (E_a) sehingga akan mempercepat laju reaksi.

Secara umum kenaikan suhu akan menaikkan laju reaksi, karena dengan kenaikan suhu akan menaikkan fraksi molekul yang bertumbukan dan mencapai E_a akan makin besar. Namun demikian setiap reaksi akan memiliki temperatur maksimum yang optimal, sesuai dengan persamaan empiris dikemukakan Arrhenius (Davis, 1997).

Selanjutnya berdasarkan persamaan laju reaksi maka akan menaikkan laju reaksi. Jumlah pereaksi (reaktan) secara umum dihitung berdasarkan perbandingan stoikiometri dari perbandingan koefisien reaksi. Untuk pereaksi yang sekaligus bersifat sebagai katalis, maka jumlah pereaksi tidak dihitung berdasarkan perbandingan stoikiometri koefisien persamaan reaksi. Katalis adalah suatu zat yang ikut bereaksi dengan reaktan dengan tujuan aktivasi dan sesudah terbentuk produk akan dibebaskan kembali untuk selanjutnya akan mengkatalisis reaktan yang belum bereaksi. Jumlah katalis adalah berdasarkan hasil kompromi yang juga dapat diperoleh dengan memberi perlakuan secara try – error secara gradual. Jumlah katalis biasanya adalah nisbi terhadap pereaksi (substrat), dengan mengingat bahwa salah satu ciri khas katalis adalah mengaktifkan substrat dengan jumlah katalis yang kecil. Pada penelitian ini maka akan dikaji kondisi optimal yaitu suhu waktu dan jumlah dehidrator optimal untuk mendehidrase linoleat menjadi DCO dengan dehidrator kemoselektif yang diperoleh.

2. 4. Dehidrase Linoleat Minyak Jarak Hasil Dehidrase Menjadi Asam Linoleat Terkonjugasi (CLA).

Reaksi isomerisasi terhadap ikatan rangkap umumnya dikatalisis oleh basa kuat seperti KOH atau NaOH dalam metanol. Selain dengan basa kuat isomerisasi juga dapat berlangsung dengan baik di bawah pengaruh gelombang mikro (*microwave*) (Babby, 1997 dan Zucco, 1997). Katalis basa cocok untuk mengisomerisasi ikatan rangkap pada senyawa

fenil propanoid yang mengandung gugus fenol (Peterson *et al.*, 1993), namun tidak cocok untuk mengisomerisasi linoleat, karena akan menyebabkan reaksi penyabunan dan transesterifikasi (Bernas *et al.*, 2003 dan Villeneuve *et al.*, 2005). Secara spesifik isomerisasi linoleat yang telah dilakukan antara lain adalah fotoisomerisasi linoleat dalam minyak kedelai, namun konversinya sangat rendah yaitu maksimal 0,5 % (Gangidi dan Proctor, 2004). Isomerisasi linoleat dengan katalis Wilkinson suatu kompleks rutenium juga dapat berlangsung baik namun permasalahannya adalah sulit mendapatkan katalis tersebut dan berharga sangat mahal serta tidak tersedia sebagai stok, karena baru disintesis bila akan digunakan (Villeneuve *et al.*, 2005).

Penelitian ini bertujuan menentukan metode yang cocok untuk mengisomerisasi linoleat dalam minyak jarak hasil dehidrasi (*DCO* = *dehydrated castor oil*) menjadi linoleat terkonjugasi (*CLA* = *conjugated linoleic acid*). Bahan *DCO* yang digunakan adalah hasil dehidrasi risinoleat minyak jarak dengan katalis P_2O_5 dengan komponen utama campuran linoleat dan *CLA* (Sitorus *et al.*, 2009). Senyawa *CLA* lebih bermanfaat dibanding dengan linoleat karena bioaktivitasnya yang lebih luas (Villeneuve *et al.*, 2005), sehingga isomerisasi linoleat dalam *DCO* menjadi *CLA* akan menaikkan nilai ekonomi *DCO* secara khusus dan minyak jarak secara umum.

Dalam penelitian ini dikaji dua cara untuk mengisomerisasi linoleat dalam *DCO* menjadi *CLA* yaitu dengan KOH dalam *n*-butanol, dan KOH tanpa pelarut. Isomerisasi dengan kedua cara ini adalah merupakan modifikasi isomerisasi menggunakan katalis KOH atau $NaOH$ dalam metanol yang bertujuan untuk meminimalisasi reaksi penyabunan dan transesterifikasi, karena *n*-butanol yang lebih non polar. dibanding metanol tidak membentuk alkoksida dengan KOH (Babby, 1997, Zucco, 1997 dan Gangidi dan Proctor, 2004).

BAB III

TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

3. 1. Tujuan Penelitian.

1. Menentukan dehidrator optimal untuk mendehidrasi risinoleat minyak jarak (castor oil) menjadi minyak jarak terdehidrasin (*DCO = dehydrated castor oil*) yaitu campuran linoleat dan asam linoleat tekonjugasi (*CLA = conjugated linoleic acid*).
2. Menentukan kondisi optimal yaitu: waktu, suhu dan jumlah dehidrator untuk dehidrator kemoselektif yang diperoleh pada [1].
3. Menentukan metode optimal untuk mendehidrasi linoleat dalam DCO menjadi CLA.

3. 2. Manfaat Penelitian

1. Memperkaya khasanah ilmu pengetahuan (*scientific word*) khususnya tentang konversi minyak jarak yang tidak dikonsumsi (*non edible oil*) menjadi dapat dikonsumsi (*edible oil*) melalui publikasi hasil penelitian dalam jurnal ilmiah.
2. Menaikkan nilai ekonomi minyak jarak secara khusus dan minyak yang tidak dikonsumsi (*non edible oil*) secara umum.

BAB IV

METODE PENELITIAN

4. 1. Tempat Dan Waktu Penelitian.

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Negeri Medan (UNIMED), analisis dengan GC di Laboratorium SOCI (*Sinar Oleochemical International*) Medan. Perekaman dengan Spektroskopi FTIR, UV dan GC-MS dilakukan di Laboratorium Kimia Organik dan Instrumen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada (UGM) Yogyakarta. Penelitian dilakukan pada bulan Mei - November 2011.

4. 2. Alat Dan Bahan.

4. 2. 1. Peralatan Yang Digunakan.

Peralatan yang digunakan adalah berbagai peralatan gelas berupa beaker gelas, gelas arloji, gelas ukur, erlenmeyer, corong, corong pisah, pipet volum berbagai ukuran, propipet, pipet pasteur, pengaduk gelas, piknometer, pompa vacuum KRISBOW yang dilengkapi dengan manometer U, tabung serbuk magnesium dan tabung silikagel, tabung gas Nitrogen, alat GC HP. Spektrofotometer FTIR SHIMADZU IR Prestige – 21 dan alat GC- MS SIMADZU QP2010S.

4. 2. 2. Bahan Kimia Habis Pakai.

Sampel minyak jarak yang digunakan adalah yang diperdagangkan di kota medan dengan grade II atau *RDCO (Refine and Deodorized Castor OIL)* dari toko Asean Medan. Bahan kimia habis pakai yang digunakan semua adalah grade pro-analysis (pa) MERK yaitu : standar metil ester asam linoleat terkonjugasi (FAME CLA), H_3PO_4 , P_2O_5 , $NaHSO_4$, $NaHSO_3$, Na_2CO_3 , Al_2O_3 , *molecular sieve*, bentonit, logam natrium (Na),

metanol absolut, etanol absolut, serbuk logam Zn sebagai anti polimerisasi, pereaksi Wijs, NaOH, KOH, Na_2SO_3 , $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, asam asetat anhidrida, indikator kanji, indikator pp, serbuk Mg untuk memurnikan gas Nitrogen, Na_2SO_4 anhidrus, CaCl_2 , n-heksana, aseton, silikagel 60, perak nitrat, plat KL, Iodium, FAME CLA standar produksi sigma, akuades, pH universal, dan gas nitrogen dari aneka gas Medan.

4. 3. Prosedur Penelitian.

4. 3. 1. Studi Dehidrator Pada Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak

Sebanyak 25 ml minyak jarak (23,8525 g) dimasukkan dalam labu alas bulat leher tiga kapasitas 100 ml. Selanjutnya ditambahkan 2 % w/w dehidrator yang akan dipelajari dan 0,1 g serbuk Zn sebagai antipolimerisasi. Labu dirangkai dengan pendingin bola, pompa vacuum, dan gas Nitrogen. Dehidrasi dilakukan dengan delapan (8) jenis dehidrator (H_3PO_4 , P_2O_5 , NaHSO_4 , NaHSO_3 , Na_2CO_3 , Al_2O_3 , *molecular sieve* dan bentonit katalis asam (H^+) selama satu (1) jam dengan dua kondisi suhu yang berbeda yaitu 100°C dan 175°C . Dehidrasi dijalankan pada kondisi pengurangan tekanan 50 – 70 mmHg, aliran gas Nitrogen dan kecepatan pengadukan 800 – 1000 rpm. Selanjutnya penurunan kadar risinoleat dan kenaikan kadar LA dan CLA dianalisis dengan GC dalam bentuk. Berdasarkan analisis terhadap karakteristik dan data kromatogram GC disimpulkan dehidrator paling optimal (kemoselktif).

4. 3. 2. Studi Waktu Suhu Dan Jumlah Dehidrator Pada Reaksi Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak.

Dehidrator yang digunakan adalah yang paling baik (kemoselktif) yang diperoleh berdasarkan prosedur Bab 4. 3. 1. Dehidrasi dilakukan terhadap 25 mL (23,8975 g) minyak

jarak (castor oil) pada aliran gas Nitrogen, pengurangan tekanan 50 – 70 mmHg dan kecepatan pengadukan 800 – 1000 rpm dan penambahan 0,1g powder Zn sebagai anti polimerisasi dengan tahapan sebagai berikut.

1. Studi waktu reaksi dilakukan dengan variasi waktu 1, 2, 3 dan 4 jam dengan jumlah dehidrator 2 % (w/w) pada suhu 175°C.
2. Studi suhu dilakukan dengan variasi suhu 100, 125, 150, 175, 200 dan 225°C dengan jumlah dehidrator 2 % (w/w) dan waktu 1,5 jam.
3. Studi jumlah dehidrator dilakukan dengan variasi jumlah 1, 2, 3, 4 dan 5 % w/w dibanding minyak jarak suhu 200°C dan waktu 1,5 jam.

Berdasarkan analisis data kromatogram GC ditentukan waktu, suhu dan jumlah dehidrator optimal untuk dehidrasi risinoleat minyak jarak. Selanjutnya dilakukan dehidrasi dengan kondisi optimal terhadap 100 mL (95,59 g) sebagai stok. Dehidrasi risinoleat minyak jarak pada kondisi suhu dan jumlah dehidrator optimal juga dilakukan dengan variasi waktu 1, 2, 3 dan 4 jam.. Hasil yang paling optimal berdasarkan kenaikan kadar LA dan CLA paling tinggi direkam spektra UV , FTIR dan dianalisis komposisinya dengan GC – MS yang dibandingkan dengan data analisis standar CLA otentik.

4.3.4. Isomerisasi Linoleat Pada Minyak Jarak Terdehidrasi.

Isomerisasi dilakukan terhadap 25 mL (24,0075 g) minyak jarak hasil dehidrasi (DCO) dengan kadar linoleat (LA = linoleic acid) dan asam linoleat terkonjugasi (CLA = conjugated linoleic acid) tertinggi dengan tujuan merubah LA menjadi CLA isomerisasi dilakukan dengan dua cara sebagai berikut:

1. KOH 2 M pelarut n – butanol : DCO (3: 1) , pada suhu refluks dengan aliran gas Nitrogen , pengurangan tekanan 50 – 70 mm Hg , dan pengadukan 800 – 1000 rpm selama 2 jam.

2. KOH tanpa pelarut 1 % (w/v) terhadap DCO pada suhu refluks dengan aliran gas Nitrogen, pengurangan tekanan 50 – 70 mm Hg, dan pengadukan 800 – 1000 rpm selama 2 jam.

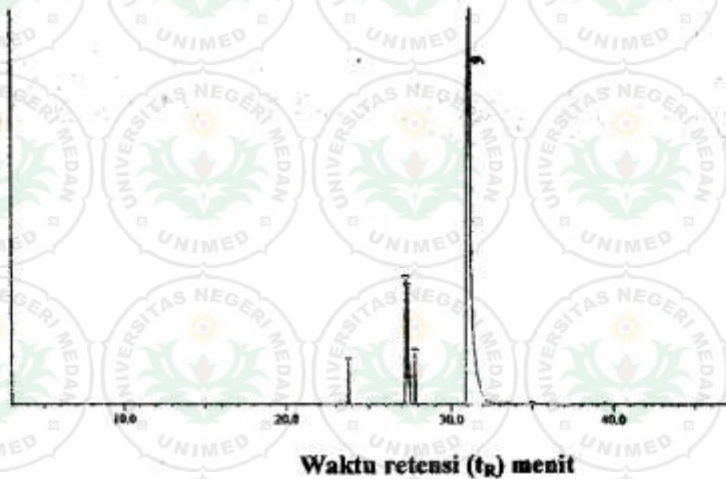
Hasil isomerisasi dianalisis dan diidentifikasi dengan GC, spektrofotometer FTIR dan GC – MS yang dibandingkan dengan standar CLA otentik. Hasil interpretasi adalah memperoleh teknik isomerisasi optimal.

BAB V

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

5. 1. Komponen Minyak Jarak

Komposisi komponen utama minyak jarak secara lebih terperinci dianalisis dengan GC-MS dengan kromatogram pada gambar 5. 1 dan komposisi pada tabel 5. 1 berikut.



Gambar 5. 1 . Kromatogram GC – MS minyak jarak

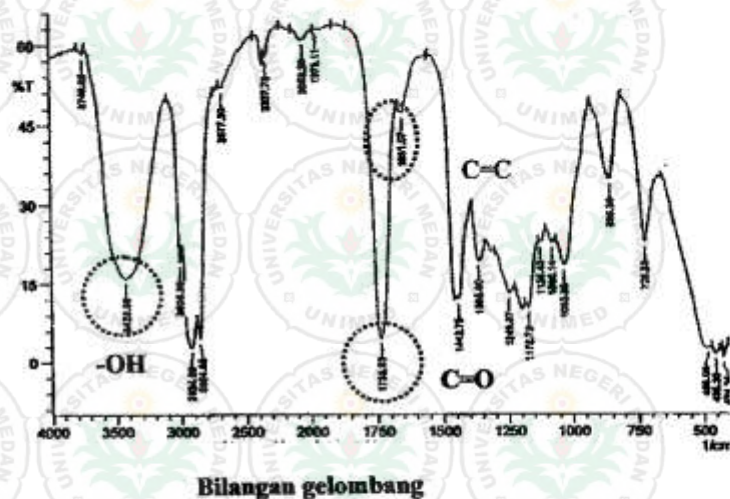
Tabel 5. 1. Komposisi minyak jarak yang digunakan untuk bahan dasar dehidrasi risinoleat.

No Puncak	Waktu retensi t_R = menit	Kadar (%) ^a	Komponen
1	23,772	1,57	Palmitat [(C16:0)] ^b
2	27,224	5,64	Linoleat [C18:2(9,12)]
3	27,301	4,68	Oleat [(C18: 1(9))]
6	31,265	85,26	Risinoleat [C18: 2 (9, 12-OH)]

a. Relatif terhadap luas puncak b. Notasi asam lemak

Berdasarkan data tabel 5. 1, maka komposisi penyusun minyak jarak yang digunakan adalah : 1, 57 % palmitat, 5,64 % linoleat, 4,86 % oleat dan 85,26 % risinoleat.

Gugus fungsional utama minyak jarak dianalisis dengan spektrofotometer FTIR dengan spektra pada gambar 5. 2. Serapan gugus fungsional utama komponen risinoleat yang terlibat dalam dehidrasi ada dua yaitu rentangan gugus -OH yang spesifik dengan intensitas kuat dan lebar pada $3425,58 \text{ cm}^{-1}$ dengan area $332,651 \text{ mm}^2$ dan rentangan gugus alkena (C = C) pada pita $1651,07 \text{ cm}^{-1}$, sedangkan gugus karbonil (C=O) pada pita $1735,93 \text{ cm}^{-1}$ tidak terlibat dalam reaksi.



Gambar 5. 2. Spektra FTIR minyak jarak

Reaksi senyawa organik adalah pada hakekatnya adalah transformasi gugus fungsional, sehingga berlangsungnya suatu reaksi organik dapat ditentukan dengan FTIR yaitu dengan menganalisis perubahan pita serapan antara reaktan dan produk yang dihasilkan. Dehidrasi risinoleat akan merubah gugus hidrosil (-OH) menjadi alkena (C=C), sehingga pada produk tidak lagi memunculkan serapan (-OH), dan akan memunculkan serapan baru yang disebabkan oleh gugus alkena.

Komposisi minyak jarak yang digunakan sebagai acuan atau kontrol adalah berdasarkan hasil analisis dengan GC yaitu kadar risinoleat 86,40 % dan kadar linoleat 4,74%. Dasar penggunaan kadar rata – rata ini sebagai acuan adalah karena besarnya kadar hampir sama yaitu hanya berbeda pada digit persepuluh atau satu digit dibelakang koma. Pemantauan perubahan kadar yaitu laju pengurangan risinoleat dan laju penambahan DCO (LA dan CLA) yang merupakan dua komponen yang terlibat dalam reaksi, dianalisis dengan alat GC yang sama dan kondisi yang identik dengan yang digunakan dalam penentuan kadar risinoleat dan linoleat awal.

5. 2. Studi Jenis Dehidrator Pada Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak

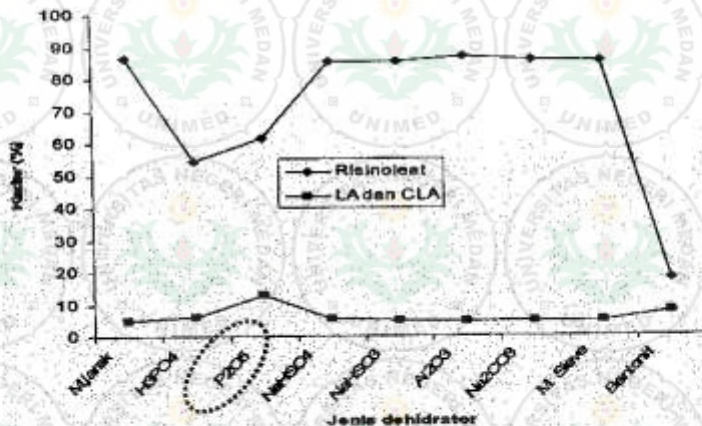
Pada penelitian dicobakan sebanyak delapan agen dehidrator pada kondisi yang identik yaitu : *suhu 175°C , waktu refluks 1 jam, jumlah dehidrator 2% (w/w) terhadap minyak jarak , pengurangan tekanan 50 – 70 mmHg dan kecepatan pengadukan 800 – 1000 rpm*. Dehidrator optimal (kemosetif) adalah yang menyebabkan penurunan kadar risinoleat dan kenaikan kadar produk DCO yaitu campuran LA dan CLA paling tinggi atau memberikan konversi (*Yield*) reaksi tertinggi pada kondisi yang identik. Dalam hal ini LA dan CLA masih berada dalam satu puncak karena keduanya adalah isomer satu sama lain yang hanya dibedakan posisi ikatan rangkap (ketidak jenuhan), sehingga baik sifat kimia dan fisiknya sangat berdekatan sehingga dengan peralatan GC yang digunakan belum terjadi pemisahan (resolusi) dari kedua puncak. Laju penurunan kadar risinoleat dan kenaikan kadar campuran LA dan CLA diikuti dengan menganalisis setiap DCO yang dihasilkan dengan GC. Hasil yang diperoleh adalah seperti tabel 5. 2 dan gambar 5. 3 dengan kromatogram pada lampiran 1–9.

Tabel 5. 2 . Perubahan kadar risinoleat dan kadar LA dan CLA pada dehidrasi risinoleat minyak jarak pada suhu 175°C 2 % (w/w) dan 1 jam dengan variasi jenis dehidrator

Dehidrator	Perubahan kadar (%) ^a	
	Risinoleat	LA dan CLA
1. M. jarak	86,40	4,74
2. H ₃ PO ₄	54,31	5,86
3. P ₂ O ₅ ^b	61,66	12,79
4. NaHSO ₄	85,37	5,30
5. NaHSO ₃	85,43	5,07
6. Al ₂ O ₃	86,89	4,59
7. Na ₂ CO ₃	85,80	4,65
8. mol.sieve	85,12	4,53
9. Bentonit Kat. Asam	17,71	7,41

a. relatif terhadap luas puncak

b. dehidrator paling optimal (kemoselektif)



Gambar 5. 3. Perubahan kadar risinoleat dan kadar LA dan CLA pada dehidrasi risinoleat minyak jarak pada 175°C, 2 % w/w dan 1 jam dengan variasi jenis dehidrator

Berdasarkan tabel 5. 2 dan gambar 5. 3 yang ditandai dengan lingkaran putus – putus maka dehidrator yang paling baik adalah P₂O₅ karena dengan dehidrator tersebut menyebabkan terjadi penurunan kadar risinoleat paling besar yaitu (86,40 – 61,66)

sebesar 24,74 % dan kenaikan kadar LA dan CLA paling tinggi yaitu (12, 79 – 4,74) sebesar 8,05%.

Reaksi dehidrasi adalah merupakan reaksi eliminasi yang selalu berkompetisi dengan reaksi substitusi nukleofilik (S_n), maka untuk meminimalisasi reaksi substitusi digunakan pereaksi (agen) yang dapat menarik molekul yang akan dieliminasi (Priest dan Von Mikushch, 1997). Reaksi dehidrasi terhadap alkohol terjadi melalui reaksi kimia antara dehidrator dengan air yang dieliminasi atau melalui aktivitas kimia dimana dehidrator bereaksi dengan air. Dehidrator P_2O_5 menarik air dari molekul alkohol dalam hal ini risinoleat, dimana dehidrator bereaksi secara kimia dengan air membentuk asam fosfat (H_3PO_4). Dehidrator $NaHSO_3$ dan $NaHSO_4$ adalah identik yaitu menarik air dengan aktivitas kimia dengan membentuk hidrat dimana dehidrator tipe ini akan efektif menarik air bebas. Secara teoritis kedua dehidrator ini juga dapat menghasilkan proton dari ionisasi HSO_3^- dan HSO_4^- namun dalam hal ini akan sulit terjadi karena reaksi tidak menggunakan media yang polar. Kedua hal inilah yang diprediksi yang menyebabkan kedua dehidrator tersebut tidak efektif sebagai dehidrator. Dehidrator Na_2CO_3 adalah dehidrator yang menarik air dengan aktivitas kimia dengan cara pembentukan hidrat sehingga juga tidak efektif bila digunakan sebagai dehidrator terhadap risinoleat dan lebih efektif bila digunakan untuk menarik air bebas. Dehidrator Al_2O_3 pada prinsipnya dapat menarik air melalui aktivitas kimia dan membentuk $Al(OH)_3$, namun karena rantai hidrokarbon (non polar) yang sangat panjang yang menyebabkan rendahnya kepolaran gugus (-OH) sehingga tidak cukup reaktif bila diserang oleh Al_2O_3 . *Molecular sieve* atau tamis molekular dapat menarik air melalui aktivitas fisik yaitu melalui adsorpsi porus dehidrator sehingga juga tidak efektif sebagai dehidrator untuk risinoleat.

Dehidrator bentonit dengan katalis asam adalah kombinasi penarikan air melalui aktivitas fisik dan aktifitas kimia, karena bentonit bersifat sebagai adsorben dan katalis asam adalah untuk mengaktifasi gugus alkohol. Hasil penelitian menunjukkan terjadi penurunan kadar risinoleat yang sangat besar yaitu (86,40 – 17,71) sebesar 69,28% namun LA dan CLA yang dihasilkan relatif rendah yaitu (7,41 – 4,74) atau sebesar 2,67 % yang mengindikasikan terjadi reaksi samping. Hasil analisis dengan GC (kromatogram lampiran 9) menunjukkan bahwa terbentuk produk samping yang cukup besar sesudah puncak risinoleat yaitu satu komponen tidak teridentifikasi yaitu puncak 9 ($t_R = 26,589$ menit sebesar 12,00 %) dan satu puncak teridentifikasi yaitu puncak 11 ($t_R = 27,01$ menit sebesar 44,21 %) adalah senyawa 8,11 – oktadekadienat. Selanjutnya berdasarkan data GC juga diperoleh produk samping sebelum puncak risinoleat yaitu puncak 15 ($t_R = 20.025$ menit sebesar 29,41 %) adalah lemak C18 dengan tiga ketidakjenuhan atau linolenat [C18:3(9,12,15)] yang diperkirakan terbentuk melalui penambahan ketidakjenuhan (desaturasi) melalui proses dehidrogenesasi pada suhu tinggi yang analog dengan desaturasi secara enzimatis (Surette, 2008). Dengan demikian bentonit yang dikatalisis asam juga tidak cocok digunakan untuk mendehidrasi risinoleat. Dehidrasi dengan asam fosfat (H_3PO_4) juga menyebabkan penurunan kadar risinoleat yang relatif besar yaitu (86,40 – 61,66) sebesar 19,74 %, namun campuran LA dan CLA yang terbentuk juga relatif kecil yaitu hanya (5,56 – 4,74) sebesar 1,12 % yang juga mengindikasikan terjadinya produk samping. Walaupun dehidrator asam fosfat menarik air melalui aktivitas kimia melalui serangan H^+ terhadap gugus (-OH) namun kurang optimal sebagai dehidrator karena menyebabkan berbagai reaksi samping. Efektivitas dari P_2O_5 sebagai dehidrator adalah karena strukturnya dalam bentuk dimer yang rumus molekulnya adalah P_4O_{10} dengan struktur berbentuk sangkar sehingga sangat stabil.

5.3. Studi Waktu Suhu Dan Jumlah Dehidrator P_2O_5 Pada Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak

Dehidrasi dilakukan secara refluks dengan aliran gas nitrogen yang dilewatkan melalui tabung berisi serbuk magnesium untuk menarik oksigen sehingga tidak terjadi reaksi oksidasi. Reaktor juga dibuat *vacuum* yang dilewatkan melalui silika gel pink untuk menarik air hasil dehidrasi, sedangkan untuk mencegah polimerisasi maka ditambahkan serbuk seng. Komponen minyak jarak lainnya tidak mempengaruhi reaksi dehidrasi, karena tidak ada komponen lain mengandung gugus hidroksil. Laju pengurangan risinoleat dan pertambahan linoleat dan CLA diikuti dengan menganalisis tiap hasil dehidrasi dengan GC. Kajian pengaruh tiap faktor reaksi terhadap penurunan risinoleat dan kenaikan kadar linoleat dan CLA dilakukan pada keadaan dua faktor lainnya konstan sebagai kontrol. Kondisi optimal adalah faktor yang menyebabkan laju penurunan risinoleat dan laju pertambahan linoleat dan CLA tertinggi seperti tabel 5.3 dan grafik pada gambar 5.4 (Kromatogram lampiran 10-24)

Tabel 5.3. Laju pengurangan risinoleat dan pertambahan linoleat dan CLA dehidrasi risinoleat minyak jarak dengan dehidrator P_2O_5 , variasi suhu waktu dan jumlah dehidrator

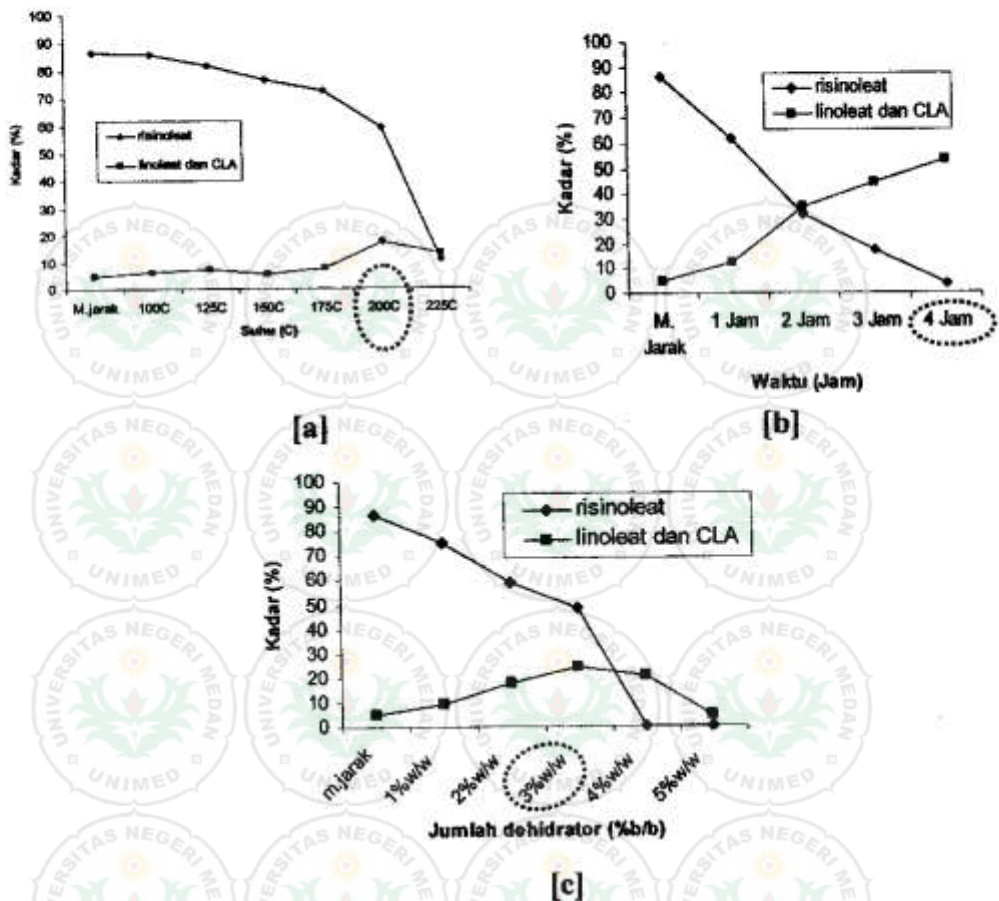
Variasi suhu (2% w/w dan 175°C)			Variasi waktu (2% w/w dan 1,5 jam)			Variasi jumlah dehidrator (200°C dan 1,5 jam)		
Suhu (C)	Kadar (%) ^a		Waktu (Jam)	Kadar (%) ^b		Jumlah (%w/w)	Kadar (%) ^a	
	Ris ^b	Linoleat dan CLA ^c		Ris ^b	Linoleat dan CLA		Ris ^b	Linoleat dan CLA
m.jarak ^d	86,40	4,74	m.jarak ^d	86,40	4,74	m.jarak ^d	86,40	4,74
100	85,67	6,14	1	61,67	12,78	1	75,34	9,55
125	81,66	7,37	2	31,77	34,62	2	59,08	17,49
150	76,77	5,65	3	17,48	44,24	3 ^d	48,51	23,95
175	72,60	7,60	4 ^d	3,36	53,56	4	0,16	20,66
200 ^d	59,08	17,50				5	0,0	4,00
225	10,87	13,19						

a. relatif terhadap luas puncak

b. Ris adalah risinoleat

c. minyak jarak sebagai bahan awal dengan kadar risinoleat 86,40% dan linoleat 4,74%

d. Suhu, waktu dan jumlah dehidrator optimal



Gambar 5. 4. Laju pengurangan risinoleat dan laju pertambahan linoleat dan CLA: [a]. terhadap suhu, [b], terhadap waktu dan [c]. terhadap jumlah dehidrator pada dehidrasi risinoleat minyak jarak dengan P_2O_5

Hasil tabel 5. 3 dan gambar 5. 4 (lingkaran putus – putus) menunjukkan laju pengurangan risinoleat dan laju pertambahan CLA tertinggi untuk tiap – tiap faktor yang dikaji adalah pada suhu 200°C (risinoleat turun menjadi 59,08% dan linoleat dan CLA naik menjadi 17,50%), waktu 4 jam (risinoleat turun menjadi 3,36% dan linoleat dan CLA naik menjadi 53,56%) dan jumlah dehidrator P_2O_5 3 % (w/w) terhadap minyak jarak (risinoleat turun menjadi 48,51% dan linoleat dan CLA naik menjadi 23,95%). Dengan demikian maka kondisi optimal dehidrasi risinoleat minyak jarak adadan dengan suhu

200°C, waktu 4 jam dan jumlah P₂O₅ adalah 3% (w/w) terhadap minyak jarak, karena kondisi inilah yang menyebabkan laju penurunan risinoleat dan laju kenaikan CLA paling tinggi.

5.3. Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak Dengan P₂O₅ Pada Kondisi Optimal.

Hasil studi kondisi reaksi dehidrasi menunjukkan bahwa kondisi paling optimal untuk dehidrasi risinoleat dalam minyak jarak adalah : waktu reaksi 4 jam, suhu 200°C dan jumlah dehidrator P₂O₅ 3 % (w/w) terhadap minyak jarak. Selanjutnya dilakukan dehidrasi pada kondisi tersebut (3% w/w P₂O₅ dan suhu 200°C) dengan variasi waktu dengan hasil pada tabel 5. 4 dan gambar 5. 5 (kromatogram pada lampiran 25 – 28).

Tabel 5. 4 . Perubahan kadar risinoleat dan kadar LA dan CLA pada dehidrasi risinoleat dengan P₂O₅ pada kondisi suhu (200°C) dan jumlah dehidrator optimal (3 %) dengan variasi waktu

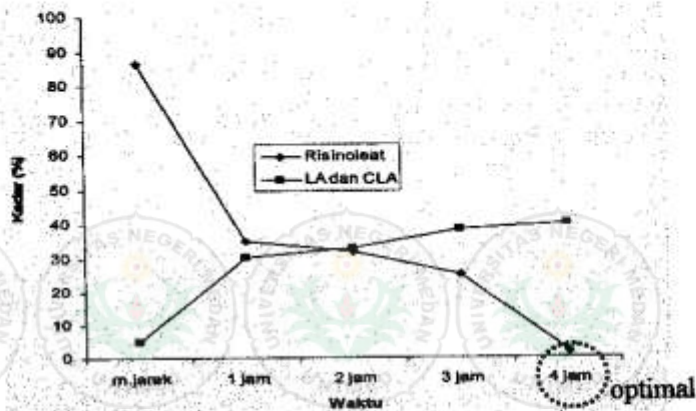
Waktu (Jam)	Perubahan kadar (%) ^a		Yield ^b (%)
	Risinoneat	LA dan CLA	
Minyak jarak	86,40	4,74	-
1	34,77	30,15	59,76
2	31,94	33,02	63,30
3	25,11	38,16	70,94
4 ^c	1,78	40,12	97,94

a. relatif terhadap luas puncak

b. berdasarkan laju pengurangan risinoleat

$$\frac{[Ris\ awal] - [Ris\ sisa]}{[Ris\ awal]} \times 100$$

c. waktu optimal

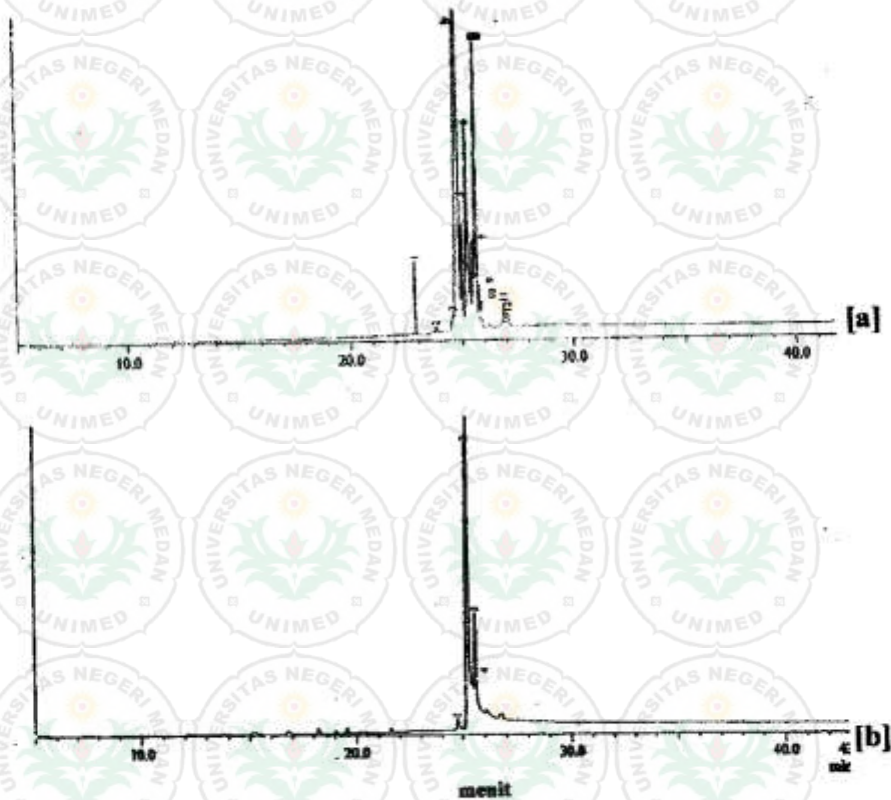


Gambar 5.5. Perubahan kadar risinoelat dan kadar LA dan CLA pada dehidrasi risinoelat dengan P_2O_5 pada kondisi suhu ($200^\circ C$) dan jumlah dehidrator optimal (3%) dengan variasi waktu

Hasil tabel 5.4 dan gambar 5.5 menunjukkan bahwa dehidrasi pada kondisi suhu dan jumlah dehidrator optimal maka bertambahnya waktu dehidrasi menyebabkan konversi (yield) reaksi akan semakin naik. Berdasarkan laju penurunan kadar risinoelat maka konversi (yield) pada waktu dehidrasi 4 jam adalah $\frac{86,40 - 1,78}{86,40} = 97,94\%$. Tingginya konversi yang diperoleh merupakan dasar asumsi bahwa kondisi ini adalah merupakan kondisi optimal. Berdasarkan data GC (koromatogram lampiran 33) pada kondisi optimal ini juga diidentifikasi terbentuk produk samping linolenat [C18: 3(9,11,15)] atau omega-3 suatu lemak yang sangat esensial sebesar 11,16% (puncak 8 dengan $t_R = 13,607$ menit), yang diprediksi terbentuk melalui desaturasi melalui reaksi dehidrogenasi yang dianalogikan terhadap biosintesa linoleat yang dapat terjadi secara enzimatis (Surette, 2008).

5.4. Analisis Hasil Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak Dengan Dehidrator P_2O_5 Pada Kondisi Optimal Dengan GC – MS

Identifikasi komposisi DCO pada kondisi optimal dilakukan analisis dengan GC – MS. Kromatogram hasil analisis GC – MS terhadap DCO paling optimal yaitu pada kondisi waktu 4 jam, 3% (w/w) P_2O_5 dan $200^\circ C$ yang dibandingkan dengan standar CLA adalah seperti gambar 5.4 berikut ini.



Gambar 5.4. Kromatogram GC – MS [a]. hasil dehidrasi risinoleat minyak jarak pada kondisi optimal 4 jam, 3 % w/w , P_2O_5 , $200^\circ C$ dan [b]. standar CLA

Bila kromatogram DCO paling optimal (gambar 5. 4b) dibandingkan dengan kromatogram standar CLA (gambar 4. 15b) maka keduanya mempunyai pola (profil) puncak yang mirip yang mengindikasikan bahwa DCO mengandung CLA.

Bedasarkan interpretasi terhadap data *library* MS tiap puncak kromatogram CLA standar (gambar 5. 4b) maka komposisinya adalah seperti pada tabel 4. 11 berikut ini.

Tabel 5. 5 . Komposisi komponen penyusun CLA standar.

No Puncak	t_R (menit)	Kadar (%) ^a	Komponen	SI ^b Indeks kemiripan
1	24,731	1,23	Linoleat (9c – 12c)	97
2	25,199	31,55	Linoleat (9c/t – 12t/c)	94
3	25,270	42,80	CLA (9c/t – 11t/c)	89
4	25,483	8,04	Linoleat (9t,12t)	91
5	25,597	16,38	CLA (9t,11t)	93

a. relatif terhadap luas puncak

b. SI = similarity indeks (indeks kemiripan)

Bedasarkan tabel 5. 5 maka CLA standar adalah merupakan campuran dengan linoleat. Notasi angka dalam kurung adalah menyatakan posisi ikatan rangkap dari komponen lemak dihitung dari ujung ester atau C karbonil (C = O) dan notasi c adalah geometri *cis* dan t adalah geometri *trans*. Kadar total CLA dalam standar adalah (42,80 + 16,38) % atau sebesar 59,18 % dan linoleat (1,23 + 31,55 + 8,08)% atau 40,82 %, dengan perbandingan CLA : LA adalah 59,18 : 40,82 atau 1,45 : 1 (CLA = 59,18%). Senyawa CLA baik yang hasil isolasi maupun hasil sintesa selalu dalam bentuk campuran karena sifat fisika dan kimia yang berdekatan, karena struktur keduanya hanya dibedakan posisi ikatan rangkap (Cristie *et al.*, 2007).

Komposisi DCO paling optimal dianalisis dengan membandingkannya dengan standar CLA. Hasil interpretasi terhadap spektra MS tiap puncak kromatogram maka

komposisi dari DCO pada kondisi paling dibandingkan dengan komposisi standar adalah seperti tabel 5. 6 berikut ini.

Tabel 5. 6 : Komposisi hasil dehidhidrasi risinoleat minyak jarak pada kondisi optimal (4 Jam, 3 % w/w P₂O₅ dan 200°C)

No Puncak	t _r (menit)	Komposisi (%) ^a	Komponen	SI ^b Indeks kemiripan
1	22,876	2,58	Palmitat	97
2	23,803	0,25	Heksadekatrienat (C16) ^c	85
3	24,576	1,02	Linoleat (9c - 12c)	84
4	24,788	41,97	Linoleat (9c/t - 12t/c)	95
5	24,975	5,04	Stearat	94
6	25,209	19,50	CLA (9c/t - 11t/c)	94
7	25,491	4,89	Linoleat (9t - 12t)	94
8	25,646	19,79	CLA (9t - 11t)	93
9	25,753	1,72	Asam 2-Furanpetanoat tetrahidro 5 - nonil ^d	80
10	25,860	1,16	Asam 2-Furanpetanoat tetrahidro 5 - nonil ^d	79
11	26,872	1,19	9c -oktadekenoat	94
12	27,030	0,90	Risinoleat	92

a. relatif terhadap luasan puncak

b. SI = similarity Indeks (Indeks kemiripan)

c. kemungkinan posisi triena 1,11 dan 13c

d. dugaan struktur adalah Ekso dan Endo

Berdasarkan data tabel 5. 6 maka total CLA pada DCO adalah (9,50 + 19,0) % atau sebesar 39,29 % dan total linoleat adalah (1,02 + 41,97 + 4,89) % atau sebesar

48,88 % dan komponen lainnya termasuk sisa risinoleat adalah 11,83 %. Perbandingan

CLA : LA yang dihasilkan adalah 39,29 : 48,88 atau 0,92 : 1. Kadar CLA terhadap

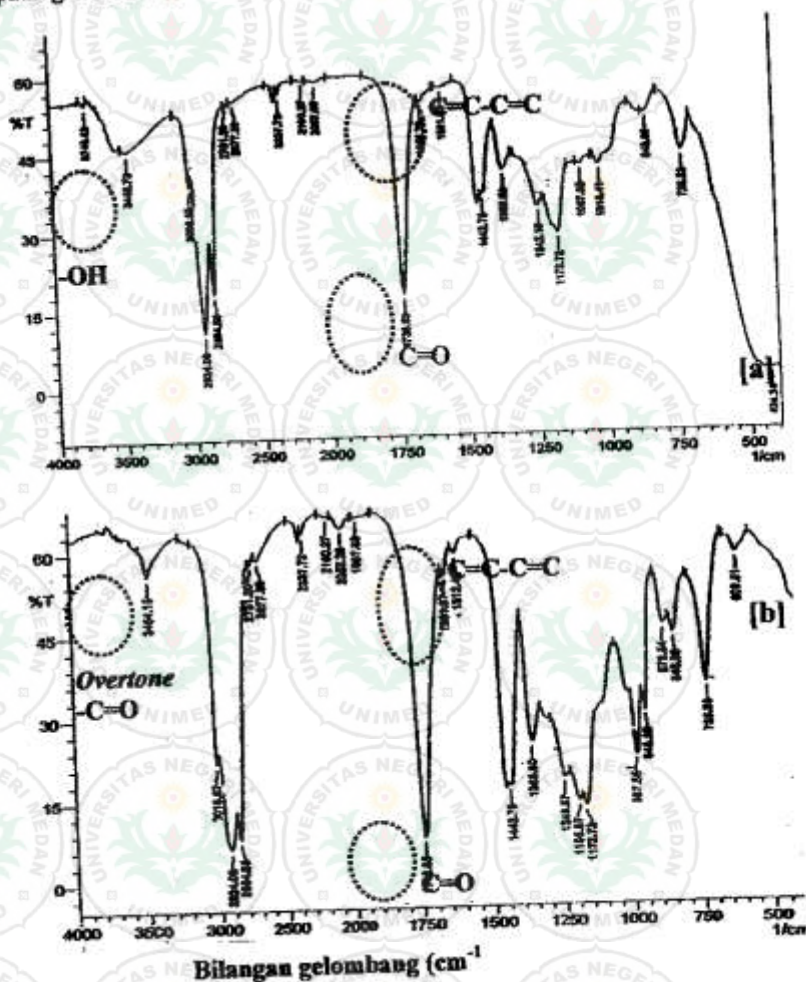
komponen lain selain LA adalah $\frac{0,92}{1,92} \times 100\% = 47,92\%$. Bila dibandingkan dengan

standar CLA maka tingkat pencapaian adalah $\frac{47,92}{59,18} \times 100\% = 80,97\%$. Reaksi senyawa

organik pada hakekatnya adalah transformasi gugus fungsional atau perubahan suatu

gugus fungsi reaktan ke gugus fungsi lain pada produk.

Pada reaksi dehidrasi risinoleat yang terjadi adalah transformasi gugus fungsional hidroksi (-OH) pada risinoleat menjadi alkena (C = C) pada produk DCO yaitu terisolasi pada linoleat dan terkonjugasi pada CLA. Spektra FTIR hasil analisis terhadap hasil dehidrasi risinoleat minyak jarak pada kondisi optimal yang dibandingkan dengan standar CLA adalah pada gambar 5. 5.

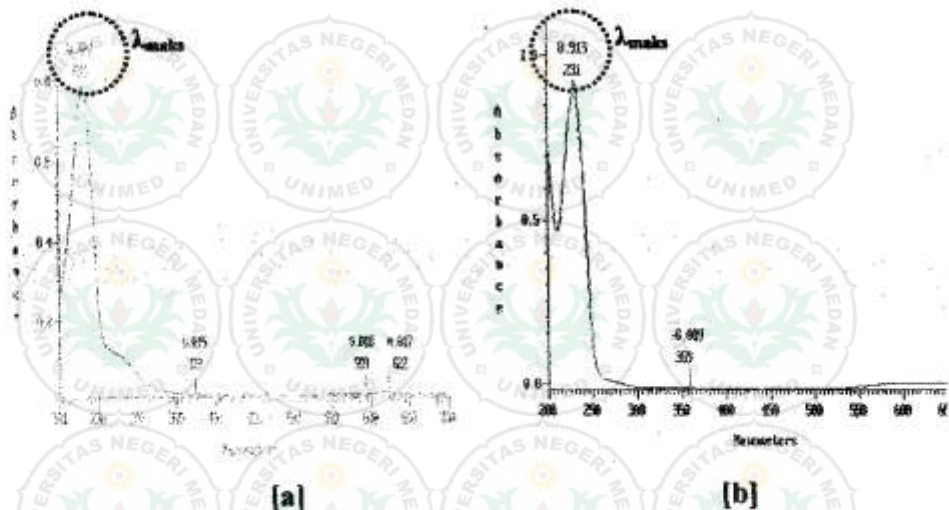


Gambar 5. 5. Spektra FTIR [a]. hasil dehidrasi risinoleat minyak jarak pada kondisi optimal (4 Jam, 3 % w/w P_2O_5 dan $200^\circ C$) dan [b]. standar CLA

Spektra FTIR DCO pada kondisi optimal (gambar 5. 5a) menampilkan pola yang sama bila dibandingkan dengan dengan spektra FTIR CLA standar (gambar 5. 5b). Serapan gugus karbonil adalah pita $1756,93 \text{ cm}^{-1}$ untuk DCO pada kondisi optimal dan $1743,65 \text{ cm}^{-1}$ untuk standar CLA. Pita khas yang identik adalah serapan ikatan rangkap terkonjugasi ($\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{C}$) dengan munculnya pita ganda pada bilangan gelombang $1658,78 \text{ cm}^{-1}$ dan $1581,63 \text{ cm}^{-1}$ untuk dehidrasi pada kondisi optimal $1651,07 \text{ cm}^{-1}$ dan $1612,49 \text{ cm}^{-1}$ untuk standar CLA yang mengindikasikan bahwa DCO mengandung komponen yang sama dengan standar yaitu CLA. Selanjutnya bila intensitas serapan gugus $-\text{OH}$ pada spektra FTIR DCO kondisi optimal yaitu serapan pada $3458,44 \text{ cm}^{-1}$ dengan luas $23,86 \text{ mm}^2$, dibandingkan dengan spektra FTIR minyak jarak pada gambar 5. 2 dengan serapan gugus $-\text{OH}$ risinoleat pada $3452,88 \text{ cm}^{-1}$ dengan luas $168,36 \text{ mm}^2$ maka terjadi penurunan intensitas sebesar $\frac{168,36 - 23,86}{168,36} \times 100\% = 85,82 \%$. Pita pada $3468,15 \text{ cm}^{-1}$ untuk spektra FTIR standar CLA adalah penguatan (*overtone*) dari gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$), dan bukan merupakan gugus $-\text{OH}$. Kedua data spektra FTIR ini mengindikasikan bahwa kondisi reaksi dehidrasi risinoleat pada kondisi tersebut berlangsung relatif sempurna.

Senyawa CLA mempunyai gugus kromofor yaitu ikatan rangkap terkonjugasi ($\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{C}$) yang dapat menyerap radiasi sinar ultra violet (UV). Serapan ini adalah merupakan dasar analisa kualitatif dari suatu senyawa yang mengandung gugus kromofor diena dan ketena terkonjugasi. Analisa kualitatif didasarkan pada serapan maksimum pada suatu panjang gelombang tertentu yang spesifik (λ_{maks}) untuk setiap senyawa yang mengandung gugus kromofor. Dalam penelitian ini dilakukan perekaman (*scan*) UV terhadap CLA hasil dehidrasi pada kondisi paling optimal (200°C , 3 % w/w P_2O_5 dan 4 jam).

Interpretasi spektra UV dibandingkan dengan standar CLA untuk melihat kesamaan pola grafik absorbansi lawan panjang gelombang antara sampel dan standar dengan hasil seperti gambar 5. 6.



Gambar 5. 6. Spektra UV [a] . CLA standar dan [b]. hasil dehidrasi pada kondisi optimal (200°C , 3 % w/w dan 4 jam).

Spektra UV CLA standar (gambar 5. 6a) menunjukkan bahwa panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) pada lingkaran putus – putus adalah 233 nm ($A = 0,789$). Harga panjang gelombang maksimum untuk hasil dehidrasi pada kondisi paling optimal (200°C, 3 % w/w P_2O_5 dan 4 jam) (gambar 5.6bb) adalah 231 nm ($A = 0,913$). Panjang gelombang maksimum yang lain juga relatif sama yaitu untuk spektra [a] 373 nm ($A = 0,015$), 593 nm ($A = 0,018$) dan 622 nm ($A = 0,017$), sedangkan spektra [b] 359 nm ($A = -0,009$). Kesamaan pola spektra UV dari antara hasil dehidrasi pada kondisi optimal [a] dan standar CLA [b] menunjukkan secara kualitatif bahwa keduanya mengandung komponen yang sama yaitu senyawa CLA dan data ini melengkapi data spektra FTIR, GC dan GC – MS. Perbedaan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) sebesar 2 nm yaitu 233 nm untuk standar CLA dan 231 nm untuk hasil dehidrasi pada kondisi optimal diperkirakan adalah

pergeseran yang disebabkan oleh penggunaan pelarut dan campuran komponen lain pada DCO.

5. 5. Isomerisasi Linoleat Pada Minyak Jarak Hasil Dehidrasi Menjadi Asam Linoeat Terkonjugasi (CLA).

Isomerisasi dengan perpindahan ikatan rangkap terhadap alkena umum dilakukan dengan katalis basa KOH dan NaOH dengan pelarut metanol (Peterson *et al.*, 1993, David *et al.*, 1999 dan Kadarohman, 2003). Isomerisasi dengan katalis basa adalah melalui pengambilan H_{α} dari ikatan rangkap oleh basa yang selanjutnya secara total akan terjadi pergeseran ikatan rangkap. Isomerisasi dengan basa akan efektif bila digunakan untuk isomerisasi senyawa fenil propanoid yang cincinya mengandung gugus fenol dan propanoidnya mengandung alkena seperti eugenol dan safrol (Kadarohman, 2003).

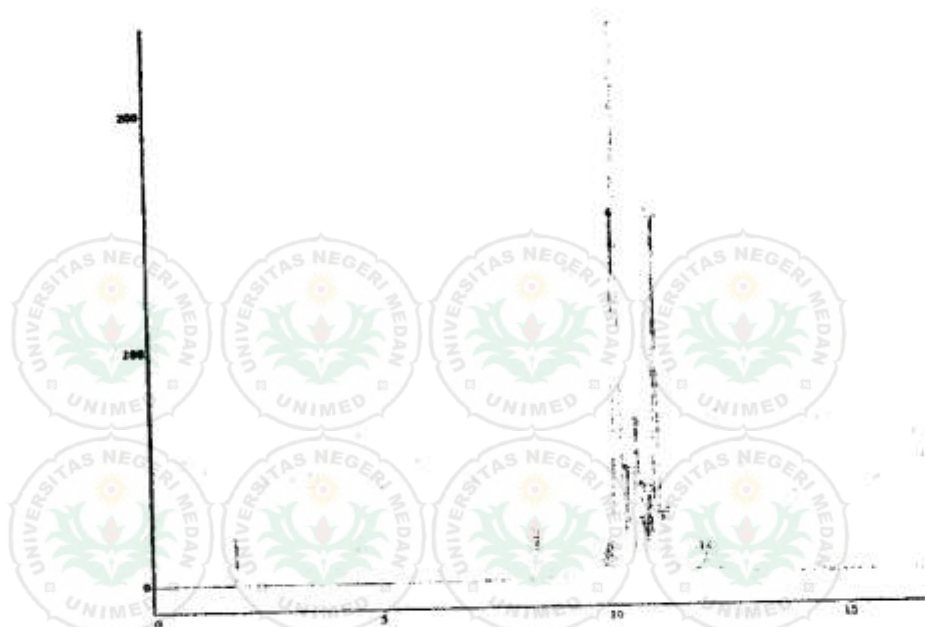
Isomerisasi linoleat menjadi CLA harus dilakukan dengan perlakuan khusus untuk mencegah terjadinya reaksi samping dan hasilnya optimal. Isomerisasi linoleat menjadi CLA akan menyebabkan dua jenis pergeseran alkena dengan kemungkinan yang sama dari C_{12} ke C_{11} menghasilkan CLA [C18 : 2 (9,11)] dan dari C_9 ke C_{10} dengan produk CLA [C18 : 2 (10,12)]. Isomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA tidak dapat dilakukan dengan basa KOH atau NaOH dalam metanol, karena akan terjadi reaksi samping pembentukan sabun (safonifikasi) dan pembentukan metil ester asam lemak (*FAME = fatty acid methyl ester*) (Villeneuve *et al.*, 2005). Reaksi penyabunan dimungkinkan terjadi karena metanol masih mengandung air walaupun dengan kadar yang rendah, sedangkan metil ester asam lemak akan terbentuk dari reaksi antara Na-metoksida dengan gliserida. Dalam penelitian isomerisasi linoleat pada DCO juga dicobakan dengan katalis basa KOH dengan modifikasi pelarut yaitu dengan mengantinya dengan n-butanol dan tanpa

menggunakan pelarut. Tujuan penggunaan pelarut *n* – butanol yang lebih hidrofobik adalah untuk meminimalisasi air, karena air mempunyai kelarutan yang rendah dalam *n* – butanol, sehingga meminimalisasi terjadinya reaksi penyabunan dan ester asam lemak. Dasar pemikiran ini analog dengan tujuan dilakukannya isomerisasi dengan KOH tanpa pelarut yang diasumsikan bila tidak menggunakan pelarut akan bebas dari air.

Dengan demikian penelitian telah mengkaji dua cara atau teknik isomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA yaitu : [1]. isomerisasi dengan KOH menggunakan pelarut *n*-butanol; dan [2]. isomerisasi dengan KOH tanpa pelarut. Kedua metode yang dicobakan karena relatif lebih murah, sederhana dan efisien. Hasil isomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA dengan kedua teknik isomerisasi dianalisis dengan GC yang dibandingkan dengan CLA standar dengan kromatogram seperti gambar 5. 7 berikut.



Gambar 5. 7a: Kromatogram linoleat terkonjugasi (CLA = conjugated linoleic acid) standar



Gambar 5. 7b. Kromatogram minyak jarak hasil dehidrasi (*DCO = dehydrated castor oil*) sebelum dehidrasi



Gambar 5. 7c. Kromatogram hasil isomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA dengan NaOH dalam n-butanol



Gambar 5. 7e. Kromatogram hasil isomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA dengan NaOH tanpa pelarut

Hasil analisis terhadap kromatogram pada Gambar 5. 7 yang dibandingkan dengan data standar, maka diidentifikasi 7 komponen penyusun yaitu : 1. linoleat (9c-12c), 2. linoleat (9c/t-12t/c), 3. stearat, 4. CLA (9c/t-11t/c), 5. linoleat (9t-11t), 6. CLA (9t-11t) dan 7. sisa risinoleat dengan komposisi seperti pada tabel 5. 7.

Tabel 5.7 . Komposisi dari CLA standar, DCO sebelum isomerisasi dan hasil isomerisasi dengan cara KOH pelarut n-butanol, KOH tanpa pelarut dan terimbas *microwave*

Komponen ^a	Kadar (%) ^b			
	Standar CLA	Sebelum Isomerisasi	Isomerisasi KOH-Tanpa Pelarut	Isomerisasi dengan KOH pelarut n-butanol
Linoleat (9c – 12c)	0,72 [3/10,037]	12,41 [6/10,032]	td	12,13 [6/9,872]
Linoleat (9o/t – 12t/c)	39,38 [5/10,556]	39,00 [7/10,108]	45,84 [2/10,633]	41,41 [7/9,943]
Stearat (C18:0)	ta	4,53 [8/10,031]	td	5,15 [8/10,145]
CLA (9c/t – 11t/c)	43,41 [6/10,658]	12,08 [9/10,51]	10,80 [3/11,494]	11,72 [9/10,348]
5.Linoleat (9t – 12t)	5,21 [7/10,794]	3,36 [11/10,776]	34,10 [4/11,496]	1,96 [11/10,615]
CLA (9t – 11t)	8,90 [8/10,926]	19,93 [12/10,925]	9,25 [5/11,576]	22,7 [12/10,769]
Risinoalat	ta	0,55 [14/11,962]	td	0,47 [14/11,814]

a. penomoran dalam kurung () adalah posisi ikatan rangkap, c adalah cis dan t adalah trans
 b. relatif terhadap luas puncak yang dikoreksi terhadap pelarut dengan bilangan dalam kurung
 / / adalah no puncak/waktu retensi dalam menit
 ta : tidak ada dan td : tidak terdeteksi

Kadar total linoleat dan total CLA berdasarkan tabel 5. 7 adalah: [1]. sebelum isomerisasi total linoleat adalah 54,77 % dan total CLA adalah 32,01 % [2]. isomerisasi dengan KOH dalam n-butanol total linoleat adalah 79,94% dan total CLA adalah 20,06% (terjadi penurunan CLA sebesar 11,95%), [3]. isomerisasi dengan NaOH tanpa pelarut total linoleat adalah 55,49% dan total CLA adalah 33,98% (terjadi kenaikan CLA sebesar 1,97%). Data ini mengindikasikan bahwa cara tersebut yang paling cocok untuk mengisomerisasi

DAFTAR PUSTAKA

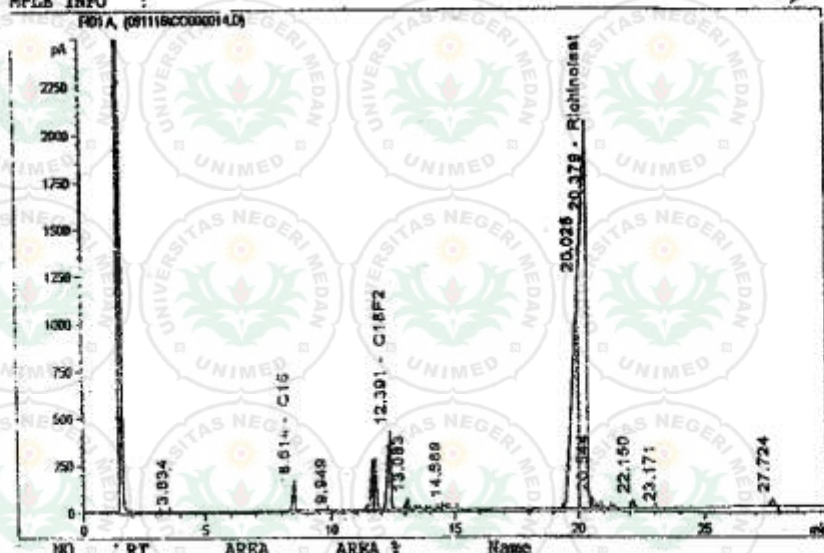
- Allonso . L, E. P. Guesta and S. E. Gillilang, 2003, Production of Free Conjugated Linoleic Acid Isomers by *Lactobacillus acidophilus casei* of Human Intestinal Origin; *J. Dairy Sci* 86: 1941 – 1946.
- Bangsaganya .R. J, R. Hontecillas and D .C. Beitz, 2002, Colonie Anti – inflamantory Mechanism of Conjugated Linoleic Acid ; *Clin . Nutr* 21: 451 – 459.
- Barus .P, 2007, Studi Reaksi Interesterifikasi Antara RBDPS Dengan Minyak Kelapa Atau Minyak Kemiri Menjadi CBS Atau Margarin Yang Mengandung Asam Lemak Omega – 3 Dan Omega – 6 (Tidak dipublikasi), *Disertasi Program Doktor Ilmu Kimia Sekolah Pasca Sarjana USU Medan*.
- Bauman. D. E, L. H. Baumgard; B. A. Corl; and J. M. Criinari, 1999, Biosynthesis of Conjugated linoleic Acid in Ruminants, *Proceeding of The American Society of Animal Science* USA.
- Bernas. A, N. Kumar, P. M. Arvela, E. Laine, B. Holmbom, T. Salmi and D. Y. Murzin, 2002, Conjugation of Linoleic Acid Over a Hydrogen Pre – activated Heterogenous Catalyst; *The Royal Socyety of Chemistry* USA.
- Brahmana . H. R, 1989, Penentuan Komposisi Asam Lemak Dari Bahan Alam Dengan Cara Kromatografi Gas Terhadap Metil Ester Dari Minyak Nabati (Tidak dipublikasi); *Laporan Penelitian Lemlit USU Medan*.
- Davis J. C ; 1997, Advanced Physical Chemistry Molecules Structure And Spectra; *The Ronald Press Company* New York.
- Fallah. I. I, 1985, Isolasi Asam Linoleat Dari Minyak Bunga Matahari (Tidak dipublikasi), *Laporan Penelitian Proyek Pengembangan Ilmu Dan Teknologi FMIPA UGM* Yogyakarta .
- 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* 79: 1190 – 1198.
- Kritchevsky .D, S. A. Tepper, S. Wright, P. Tso and S.K. Czamecki, 2000, Influence of Conjugated Linoleid Acid (CLA) on Establishment And Progesion of Artherosclerosis in Rabbits, *J. Am. Coll. Nutr* 19: 472 – 477.
- Liangli .Y, 2001, Free Radical Scavenging of Conjugated Linoleic Acid, *J. Agr. and Food Chem.* 49: 3452 – 3456.

- Liangli.Y, D. Adams and M. Gabel, 2002, Conjugated Linoleic Acid Differs in Their Free Radical Scavenging Properties, *J. Agr. and Food Chem.* 50: 4135 – 4140.
- Malpuegh .B.C, W. P. Van de Venne, R. P. Mensick, M. A. Arnal and B. Beaufre, 2004, Effects of Two Conjugated Linoleic Acid Isomers on Body Fat Mass in Overweight Humans, *Obesity Res.* 72:591 – 598.
- Mawarni. R, 2006; Asam Linoleat Terkonjugasi Penurun Timbunan Lemak (Tidak dipublikasi), *Laporan Penelitian Pusat Kajian Makanan Dan Obat Tradisional Lembaga Penelitian UNDIP Semarang.*
- McLeod. R. S, A. M. Le Blanc, M. A. Langille, P. L. Mitchel and D. L. Currie, 2004, Conjugated Linoleic Acid Atherosclerosis And Hepatic Very – Low – Density Lipoprotein Metabolism, *Am. J. Clin. Nutr.* 79:1169 – 1174.
- Nagao . K. N, N. Inoue, Y. M. Wang and T. Yanagita, 2003, The t10, c12 Isomer of Conjugated Linoleic Acid Suppresses The Development of Hypertention in Otsuka Long Evans Tokushima Fatty Rats, *Biochem. Biophys. Res. Commun.* 36: 134 -138.
- O'Shea. A. M, R. Devery, F. Lawless, K. Koegh and T. Stanton, 2000, Enrichment of The Conjugated Linoleic Acid Conten in Bovine Milk by Dry Fractination. *Int. Dairy J.* 10: 289 – 294.
- Ozgul .Y. S; 2005, Determination of Conjugated Linoleic Acid Conten of Selected Oil Seeds Grown in Turkey, *JAACS* 82 : 893 – 898.
- Parodi. P.W,1997, Conjugated Linoleic Acid of Milk Fat, *J. Dairy Sci.* 60: 1550 – 1553.
- Petridou. M, A. Mougios and V. Sagredos, 2003, Suplementation With CLA: Isomer Incorporation Into Serum Lipids And Effect on Body Fat Women, *Lipids* 38: 805 – 811.
- Priest .W.G and J. D. Von Mikusch,1997, Composition and Analysis of Dehydrated Castor Oil, *Woburn Degreasing Company of New Jessey New York.*
- Rainnio .A, M. Vahvaselka, T. Suomalainen and S. Laakso, 2001, Reduction of Linoleic Acid Inhibition in Production of Conjugated Linoleic Acid by Propionibacterium Freudenreichii spp Shermanii, *Can. J. Microbiol.* 47: 735 – 740.
- Shen. C. L, J. H. Henry, Y. Li and B. A. Watkins, 2004, Decreased Production of Inflammatori Mediators in Human Osteoarthritic by Conjugated Linoleic Acid, *Lipids* 39:161 – 166.

- Sinaga M, 2006, *Ricinus Communis* Linn, *Pusat Penelitian Dan Pengembangan Tanaman Obat UNAS/P₃TO* Jakarta.
- Sinclair L. A; A. L. Lock; R. Early; D.E. Bauman; 2006; Effect of trans 10 - cis 12 Conjugated Linoleid Acid on Ovine Milk Fat Synthesis and Cheese Properties, *J. Dairy Sci.* 90: 3326 - 3336.
- Sitorus. M; S. Ibrahim; H. Nurdin dan D. Darwis; 2009^a, Optimasi Dehidrator Pada Pembuatan Minyak Jarak Terdehidrasi (DCO = dehydrated castor oil); *Jurnal Sains Indonesia* 33 (1): 51 -56
- Sitorus. M; S. Ibrahim; H. Nurdin dan D. Darwis; 2009; Transformation of Ricinoleic of Castor Oil into Linoleic Acid (Omega - 6) and Conjugated Linoleic Acid by Dehydration; *Indo. J. Chem.* 9 (2): 278 - 284.
- Sitorus. M; S. Ibrahim; H. Nurdin dan D. Darwis; 2010; Studi Kinetika Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak; *Jurnal Riset Kimia*; 3 (2): 139 - 144
- Sitorus. M; S. Ibrahim; H. Nurdin dan D. Darwis; 2011^a; Isomerisasi Linoleat Minyak jarak Hasil Dehidrasi Menjadi Asam Linoleat Terkonjugasi dan Pemisahannya dengan Kromatografi Kolom Fasa Diam Silikage Terimpreknasi Perak Nitrat; *Jurnal Matematika dan Sains* 16 (1)
- Sitorus. M; S. Ibrahim; H. Nurdin dan D. Darwis; 2011^b, 2011; Waktu Reaksi Suhu Reaksi dan Jumlah Dehidrator pada Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak dengan P₂O₅; *Jurnal Ilmu dasar*; 12 (2)
- Villeneuve .P, R. Lago, N. Barouh and B. Barea, 2005, Production of Conjugated Linoleic Acid Isomers by Dehydration and Isomerization of Castor Bean Oil, *JAACS* 82 : 261 - 270.
- Wisnu .A. Y, 2003, Asam Linoleat Terkonjugasi Nutrien Ajaib Yang Sarat Manfaat, *Departemen Teknologi Pangan Universitas Wangsa Manggala Yogyakarta.*

Lampiran 1. Kromatogram DCO dengan dehidrator H_2PO_4 , kondisi :
2 % (w/w), 175°C dan 1 jam

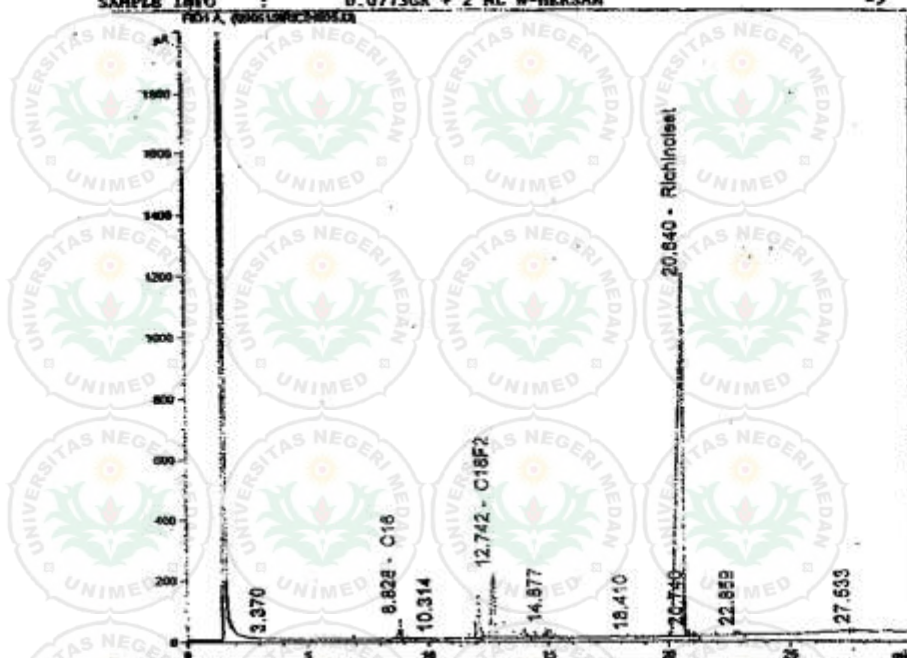
File name: D:\HPCHEN\1\DATA\091116\C0000014.D
 MPLE : FAMES DCO H_2PO_4 (2% w/w; 175°C dan 1 Jam)
 MPLE INFO :



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	3.242	6.131	0.009	
2	3.634	15.127	0.023	
3	8.514	852.058	1.285	C16
4	9.949	18.893	0.028	
5	11.673	1974.323	2.977	C18
6	11.775	1800.509	2.715	C18F1
7	12.391	3882.901	5.855	C18F2
8	13.083	360.919	0.544	
9	13.524	180.610	0.272	C18F3
10	13.949	103.401	0.156	
11	14.392	83.115	0.125	
12	14.589	276.128	0.416	
13	14.864	92.419	0.139	
14	15.155	27.499	0.041	
15	20.025	19502.391	29.408	
16	20.379	36013.906	54.306	Richinoleat
17	20.544	309.828	0.467	
18	20.818	69.438	0.105	
19	20.962	44.700	0.067	
20	21.399	90.885	0.137	
21	22.150	287.592	0.434	
22	23.171	78.995	0.044	
23	27.724	295.046	0.445	
Totals		66317.014	100.000	

Lampiran 2. Kromatogram DCO dengan dehidrator P_2O_5 kondisi :
2 % (w/w), 175°C dan 1 jam

Data File name : -C:\MPCHEM\2\DATA\090515\RTICIN005.D
 SAMPLE : FAME DCO P_2O_5 (2 % w/w, 175°C dan 1 jam)
 SAMPLE INFO : 0.0713GR + 2 ML N-HEKSAN



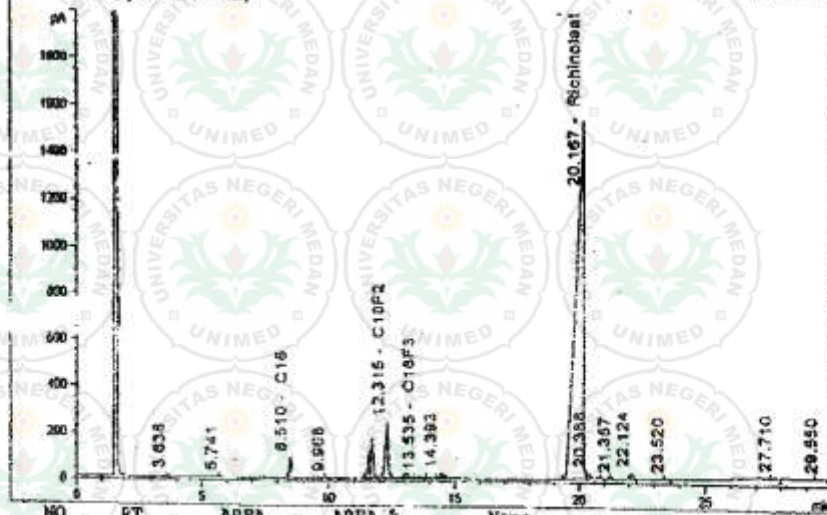
NO.	RT	AREA	AREA %	Nome
1	3.376	5.768	0.02	
2	8.828	327.134	1.41	C16
3	10.314	7.144	0.03	
4	11.931	388.625	1.68	C18
5	12.087	1035.997	4.48	C18F1
6	12.742	2009.177	8.68	C18F2
7	13.530	129.132	0.56	
8	13.982	255.836	1.11	
9	14.421	123.531	0.53	
10	14.877	223.233	0.96	
11	15.022	183.646	0.79	
12	15.359	44.950	0.19	
13	16.410	23.061	0.10	
14	20.640	17942.621	77.52	Richinoleat
15	20.710	78.267	0.34	
16	20.527	68.409	0.30	
17	21.039	21.269	0.09	
18	22.088	16.342	0.07	
19	22.829	106.462	0.46	
20	27.293	59.401	0.26	
21	27.533	95.275	0.41	
Total		23145.285	100.00	

**Lampiran 3. Kromatogram DCO dengan dehidrator NaHSO_4 kondisi :
2 % (w/w), 175°C dan 1 jam**

La File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091116\C0000017.D
MPLI : FAME DCO NaHSO₄ (2 % w/w; 175°C dan 1 Jam)

MPLI INFO

Plot A (plot1m6c0000017.D)

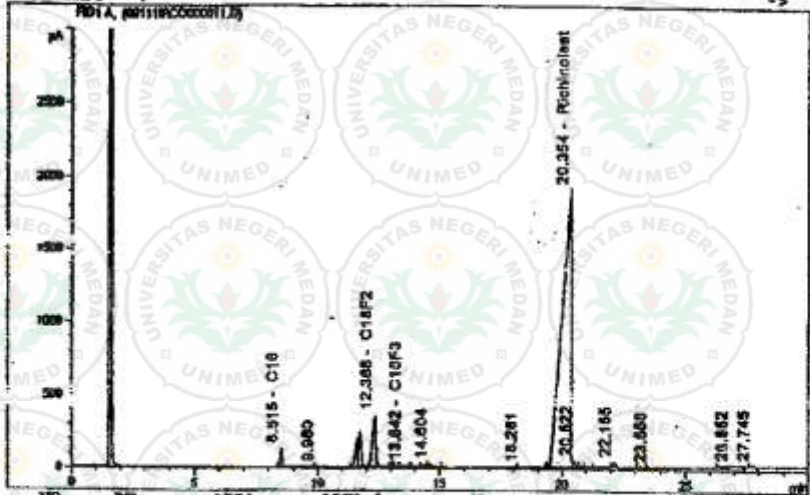


NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	3.638	39.633	0.110	
2	5.741	21.008	0.058	
3	8.510	459.939	1.277	C16
4	9.968	8.578	0.024	
5	11.594	655.971	1.821	C18
6	11.709	1161.463	3.225	C18P1
7	12.315	1908.495	5.299	C18P2
8	13.074	161.140	0.447	
9	13.535	85.925	0.239	C18P3
10	13.957	14.787	0.041	
11	14.393	135.784	0.377	
12	14.601	122.108	0.339	
13	20.167	30745.121	85.369	Richinoleat
14	20.388	170.513	0.473	
15	20.886	12.024	0.033	
16	21.357	32.428	0.090	
17	22.124	163.350	0.454	
18	23.520	8.205	0.023	
19	27.710	66.894	0.186	
20	29.550	41.139	0.114	

Totals 36014.504 100.000

Lampiran 4. Kromatogram DCO dengan dehidrator NaHSO_3 kondisi :
2 % (w/w), 175°C dan 1 jam

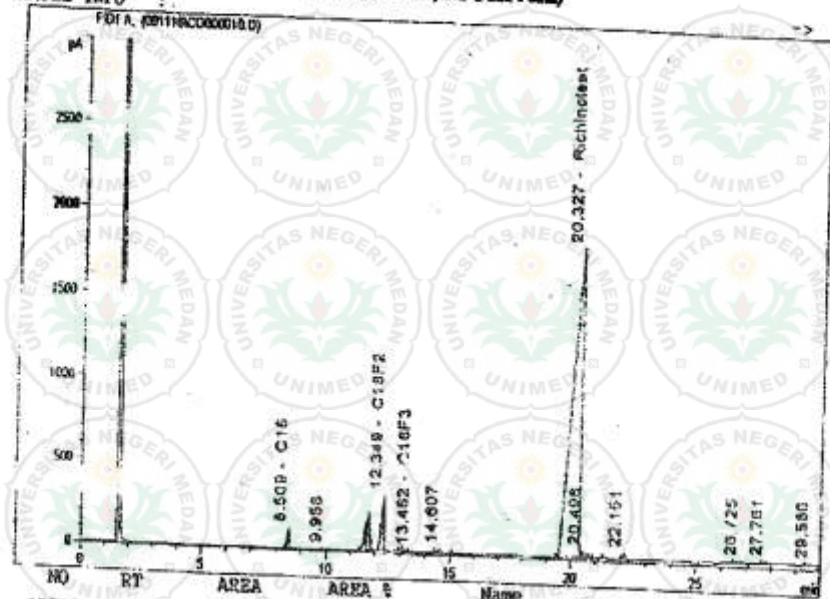
File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091116\CO000011.D
 UNFILE : NAME DCO NaHSO₃ (2% w/w; 175°C dan 1 Jam)
 UNFILE IRPO :



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.515	665.760	1.156	C16
2	9.960	14.005	0.024	
3	11.641	1295.172	2.250	C18
4	11.752	1573.604	2.733	C18F1
5	12.368	2915.774	5.065	C18F2
6	13.082	275.195	0.478	
7	13.542	93.857	0.163	C18F3
8	13.965	21.502	0.037	
9	14.398	125.327	0.218	
10	14.604	201.549	0.350	
11	15.174	9.650	0.017	
12	18.281	18.631	0.032	
13	20.354	49185.820	85.433	Richinoleat
14	20.522	273.225	0.475	
15	20.806	49.540	0.086	
16	20.961	40.450	0.070	
17	21.415	42.519	0.074	
18	22.155	259.376	0.451	
19	23.211	21.967	0.038	
20	23.556	45.410	0.079	
21	26.852	344.527	0.598	
22	27.745	99.911	0.174	
Totals		57572.673	100.000	

Lampiran 5. Kromatogram DCO dengan dehidrator Al_2O_3 kondisi :
2 % (w/w), 175°C dan 1 jam

ata File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091116\C0000010.D
AMPLE :
AMPLE INFO : FAME DCO Al_2O_3 (2 % w/w; 175°C dan 1 Jam)



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.509	597.664	1.154	C16
2	9.958	12.923	0.025	
3	11.620	1062.336	2.050	C18
4	11.736	1471.976	2.841	C18F1
5	12.349	2378.442	4.591	C18F2
6	13.078	246.827	0.476	
7	13.462	22.501	0.043	C18F3
8	14.607	179.684	0.347	
9	15.181	7.209	0.014	
10	20.327	45018.066	86.888	Richinoleat
11	20.498	192.843	0.372	
12	20.790	8.598	0.017	
13	20.945	22.526	0.043	
14	21.402	30.181	0.058	
15	22.151	240.011	0.463	
16	26.725	116.428	0.225	
17	27.761	103.022	0.199	
18	29.586	100.465	0.194	

Totals 51811.702 100.000

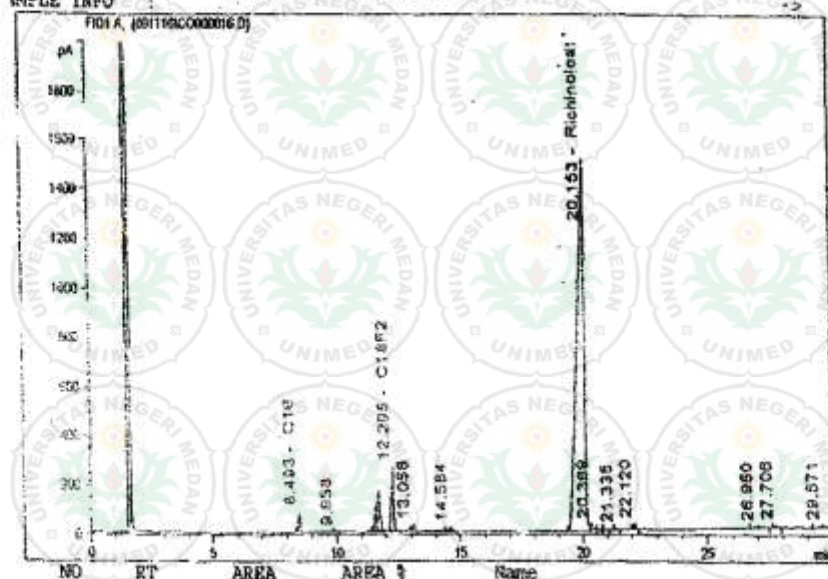
Lampiran 6. Kromatogram DCO dengan dehidrator Na_2CO_3 kondisi :
2 % (w/w), 175°C dan 1 jam

Data File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091116\CO000016.D

SAMPLE :

FAME DCO Na_2CO_3 (2 % w/w; 175°C dan 1 Jam)

SAMPLE INFO :



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.493	411.069	1.167	C16
2	9.958	8.463	0.024	
3	11.575	586.177	1.664	C18
4	11.686	1129.075	3.206	C18F1
5	12.295	1636.142	4.645	C18F2
6	13.058	171.184	0.486	
7	0.000	0.000	0.000	C18F3
8	14.584	142.316	0.404	
9	20.153	30219.201	85.799	Richinolast
10	20.369	204.904	0.582	
11	20.714	45.226	0.128	
12	20.881	30.411	0.086	
13	21.335	33.737	0.096	
14	22.120	161.177	0.458	
15	26.950	161.462	0.458	
16	27.708	94.728	0.269	
17	29.571	185.627	0.527	

Totals 35220.900 100.000

Lampiran 7. Kromatogram DCO dengan dehidrator *molecular sieve*
kondisi 2 % (w/w), 175°C dan 1 jam

File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091116\CO000013.D
 4PLR FAME DCO *molecular sieve* (2 % w/w; 175°C dan 1 Jam)



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.487	155.120	1.243	C16
2	11.465	146.351	1.173	C18
3	11.614	465.818	3.734	C18F1
4	12.212	565.289	4.531	C18F2
5	13.079	57.981	0.465	
6	0.000	0.000	0.000	C18F3
7	14.597	43.454	0.348	
8	19.887	10619.647	85.117	Richinoleat
9	20.221	41.942	0.336	
10	21.323	28.035	0.225	
11	22.115	60.528	0.485	
12	26.574	179.760	1.441	
13	26.851	55.038	0.441	
14	27.732	57.557	0.461	

Totals 12476.520 100.000

Lampiran 8. Kromatogram DCO dengan dehidrator bentonit katalis asam
kondisi: 2 % (w/w), 175°C dan 1 jam

ata File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091116\CO000012.D

AMPLS : FAME DCO bentonit (2% w/w; 175°C dan 1 Jam)

AMPLE INFO :



NO	RT	AREA	AREA %	Name
----	----	------	--------	------

1	8.524	9.753	0.797	C16
2	11.618	25.211	2.060	C18
3	0.000	0.000	0.000	C18F1
4	12.242	90.648	7.407	C18F2
5	0.000	0.000	0.000	C18F3
6	14.405	46.981	3.839	
7	19.596	216.702	17.708	Richinoleat
8	21.350	39.616	3.237	
9	26.589	155.559	12.712	
10	26.729	52.109	4.258	
11	27.013	540.986	44.207	
12	27.734	46.198	3.775	

Totals		1223.763	100.000	
--------	--	----------	---------	--

Lampiran 9. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi waktu
kondisi: 2 % (w/w), 175°C dan 1 jam

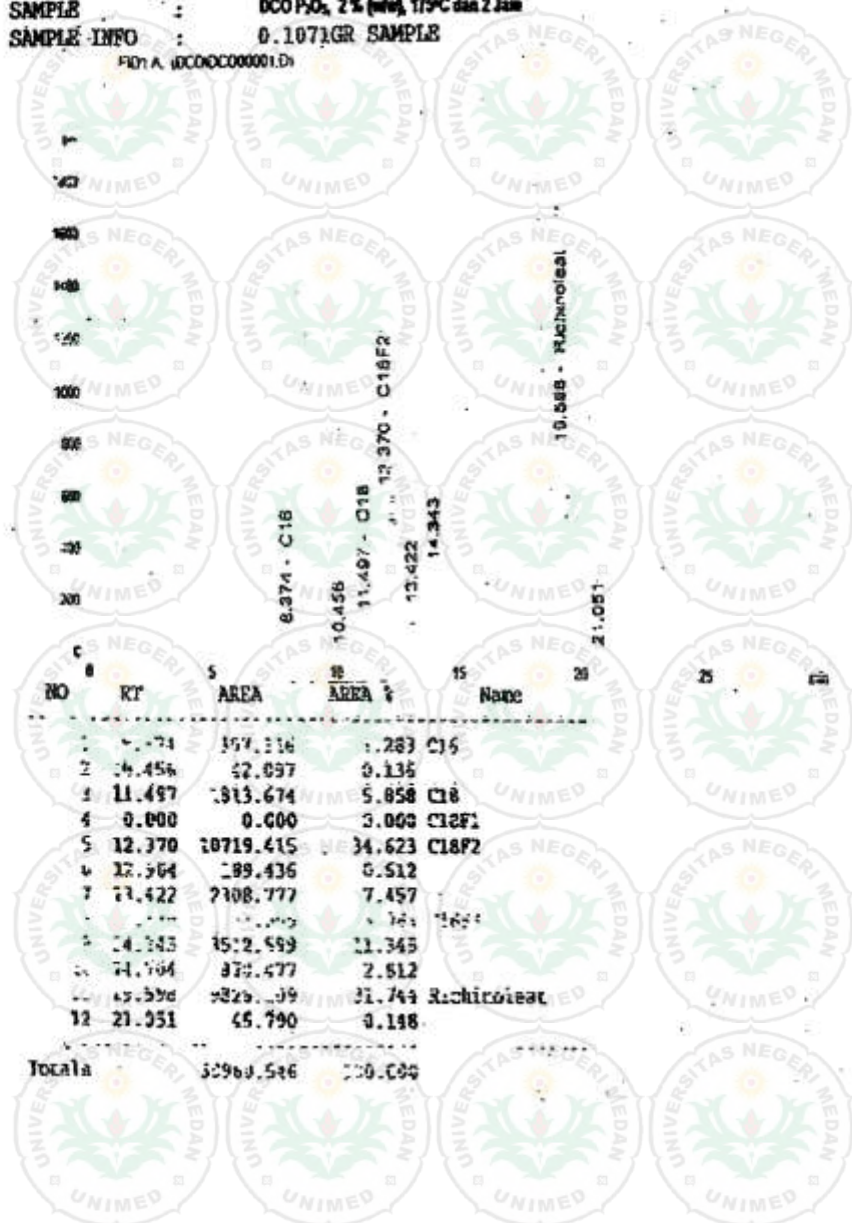
File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091221\RCO00005.D
 MPLE : DCO P₂O₅, 2% (w/w), 175°C dan 1 jam
 MPLE INFO :



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.408	377.370	1.290	C16
2	0.000	0.090	0.000	C18
3	11.579	1639.939	5.604	C18F1
4	12.230	3742.406	12.768	C18F2
5	12.522	1055.976	3.608	
6	12.952	682.755	2.333	
7	13.438	1005.041	3.434	
8	13.857	1056.260	3.609	C18F3
9	14.281	488.843	1.670	
10	14.403	464.846	1.588	
11	14.733	151.467	0.518	
12	14.896	158.997	0.543	
13	19.869	18045.953	61.665	Richinoleat
14	20.156	83.222	0.284	
15	21.213	156.616	0.535	
16	21.997	62.999	0.215	
17	27.578	91.704	0.313	
Totals		29264.375	100.000	

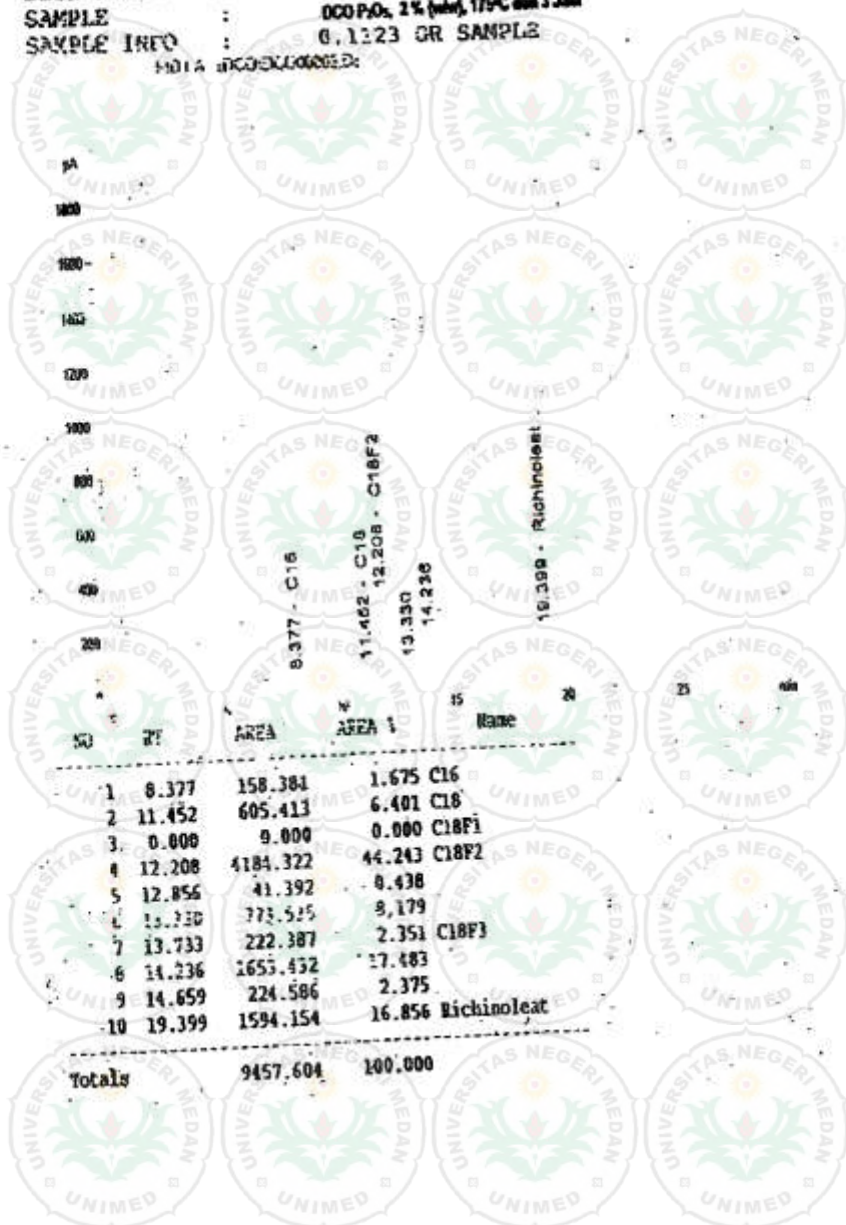
**Lampiran 10. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi waktu
kondisi: 2 % (w/w), 175°C dan 2 jam**

Data File name: n:\HPCHEM\1\DATA\DCO\DCO00001.D
 SAMPLE : DCO P₂O₅ 2% (w/w), 175°C dan 2 jam
 SAMPLE INFO : 0.1071GR SAMPLE
 FID1 A: (DCO0000001.D)

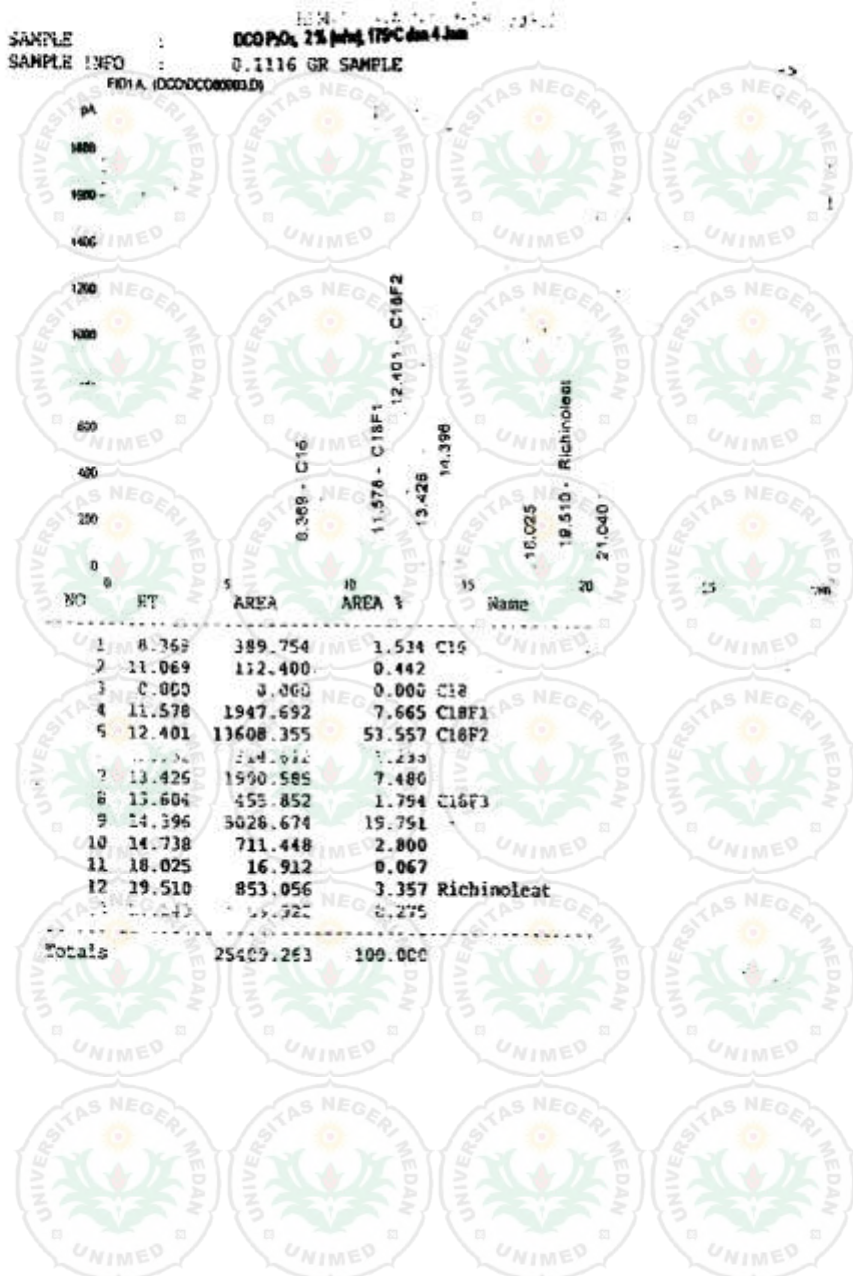


Lampiran 11. Kromatogram DCO dengan dehidrator P_2O_5 variasi waktu
kondisi: 2 % (w/w), 175°C dan 3 jam

Data File name: O:\HPCHEM\1\DATA\DCO\DCO00002.D
 SAMPLE : DCO P₂O₅, 2% (w/w), 175°C dan 3 Jam
 SAMPLE INFO : G.1123 OR SAMPLE
 MODA : DCO00000002.D

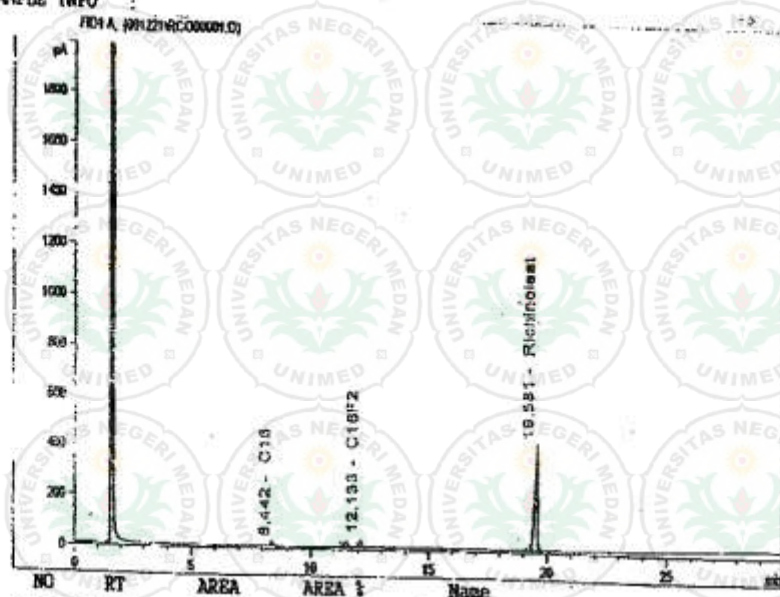


Lampiran 12. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi waktu
kondisi: 2 % (w/w), 175°C dan 4 jam



Lampiran 13. Kromatogram DCO dengan dehidrator P_2O_5 variasi suhu
kondisi: 2 % (w/w), 1,5 jam dan $100^{\circ}C$

Data File name: D:\RP\CHEM\1\DATA\091221\RCO00001.D
 SAMPLE : DCO P_2O_5 , 2 % (w/w), 1,5 jam dan $100^{\circ}C$
 SAMPLE INFO :



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.442	65.352	1.816	C16
2	11.396	53.719	1.492	C18
3	11.533	175.743	4.882	C18F1
4	12.133	220.999	6.140	C18F2
5	0.000	0.000	0.000	C18F3
6	19.581	3083.644	85.670	Richinoleat
Totals		3599.457	100.000	

**Lampiran 14. Kromatogram DCO dengan dehidrator P_2O_5 variasi suhu
kondisi: 2 % (w/w), 1,5 jam dan 125°C**

ata File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091221\ECO00002.D
AMPLE : DCO P₂O₅ 2% (w/w), 1,5 jam dan 125C

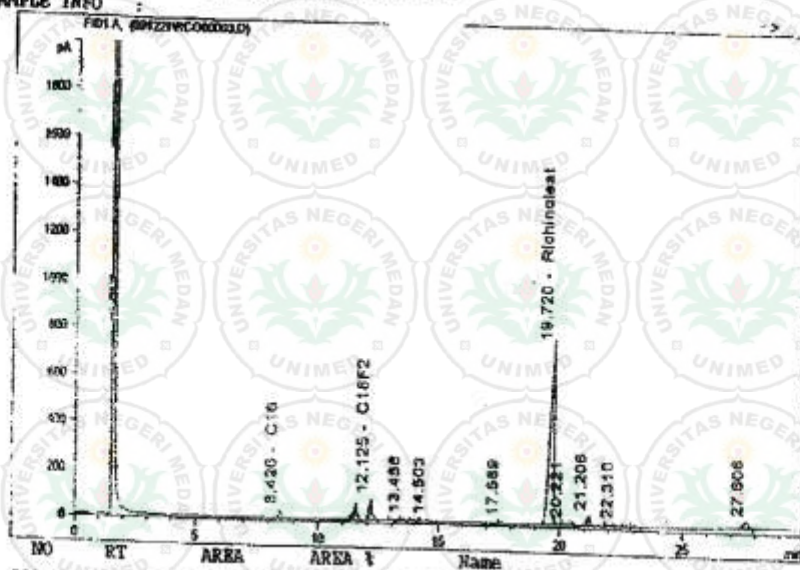
AMPLE INFO



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.425	255.765	1.371	C16
2	0.000	0.000	0.000	C18
3	11.565	1025.367	5.495	C18F1
4	12.160	1375.789	7.373	C18F2
5	12.986	81.634	0.437	
6	13.472	223.959	1.200	C18F3
7	13.934	128.797	0.690	
8	14.486	155.581	0.834	
9	19.834	15238.779	81.661	Richinoleat
10	20.142	62.584	0.335	
11	21.242	51.619	0.277	
12	22.007	61.162	0.328	
Totals		18661.036	100.000	

Lampiran 15. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi suhu
kondisi: 2 % (w/w), 1,5 jam dan 150°C

ata File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091221\RC000003.D
 ANPLE : DCO P₂O₅ 2% (w/w), 1,5 Jam dan 150C
 ANPLE INFO :



No	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.426	166.074	1.427	C16
2	11.393	150.870	1.296	C18
3	11.530	449.178	3.859	C18F1
4	12.125	657.774	5.651	C18F2
5	12.991	41.749	0.359	
6	13.458	94.612	0.813	
7	13.892	42.484	0.365	C18P3
8	14.503	68.206	0.586	
9	17.589	42.981	0.369	
10	19.720	8936.402	76.775	Richinoleat
11	20.221	58.967	0.507	
12	20.542	103.747	0.891	
13	21.206	301.874	2.593	
14	22.017	48.774	0.419	
15	22.310	85.052	0.731	
16	22.717	48.744	0.419	
17	23.039	52.296	0.449	
18	27.606	290.014	2.492	

Totals 11639.799 100.000

**Lampiran 16. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi suhu
kondisi: 2 % (w/w), 1,5 jam dan 175°C**

ata File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091208\PA000019.D
 SAMPLE : DCO P₂O₅ 2% (w/w), 1,5 Jam dan 175°C
 SAMPLE INFO :



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.451	177.733	1.587	C16
2	11.440	187.767	1.677	
3	11.580	561.987	5.019	C18
4	11.799	27.888	0.249	C18F1
5	12.174	849.694	7.589	C18F2
6	13.027	73.055	0.652	
7	13.480	76.932	0.687	
8	13.909	43.774	0.391	C18F3
9	14.351	57.178	0.511	
10	14.544	61.855	0.552	
11	19.757	8127.755	72.589	Richinoleat
12	20.092	57.690	0.515	
13	22.035	42.446	0.379	
14	27.636	298.232	2.663	
15	27.911	106.587	0.952	
16	28.230	75.820	0.677	
17	28.412	62.309	0.556	
18	29.142	113.018	1.009	
19	29.487	141.257	1.262	
20	29.681	54.039	0.483	

Totals 11197.015 100.000

Lampiran 17. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi suhu
kondisi: 2 % (w/w), 1,5 jam dan 200°C

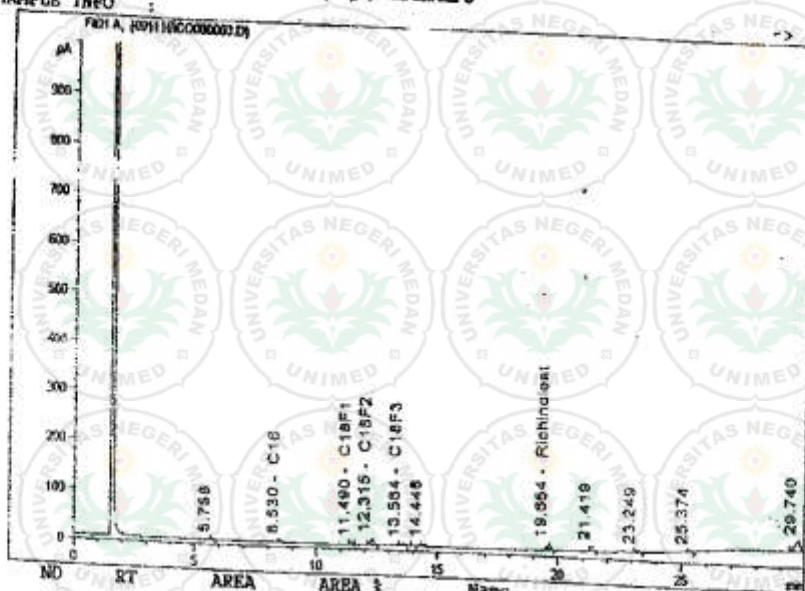
ata File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091222\RCO00001.D
AMPLE : DCO P₂O₅ 2% (w/w), 1,5 Jam dan 200°C
AMPLE INFO :



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.423	595.930	1.390	C16
2	0.000	0.000	0.000	C18
3	11.558	2374.837	5.537	C18F1
4	12.404	7501.763	17.492	C18F2
5	12.970	221.394	0.516	
6	13.539	2835.891	6.612	C18F3
7	13.937	1736.774	4.050	
8	14.303	1050.267	2.449	
9	14.936	702.803	1.639	
10	19.923	25339.059	59.083	Richinoleat
11	20.176	127.252	0.297	
12	21.191	56.342	0.136	
13	21.991	124.624	0.291	
14	23.379	73.317	0.171	
15	27.531	145.107	0.338	
Totals		42887.361	100.000	

Lampiran 18. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi suhu
kondisi: 2 % (w/w), 1,5 jam dan 225°C

Data File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091116\CO000003.D
 SAMPLE : DCO P₂O₅ 2% (w/w), 1,5 jam dan 225°C
 SAMPLE INFO :



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	5.758	11.346	1.284	
2	8.530	24.698	2.796	C16
3	11.490	22.236	2.517	C18F1
4	11.639	13.205	1.495	C18
5	12.315	116.514	13.189	C18F2
6	13.564	43.544	4.929	C18F3
7	13.998	15.563	1.762	
8	14.446	51.137	5.788	
9	19.654	96.044	10.872	Richinoleat
10	21.419	83.097	9.406	
11	23.249	34.919	3.953	
12	25.374	18.781	2.126	
13	29.740	352.341	39.884	
Totals		883.424	100.090	

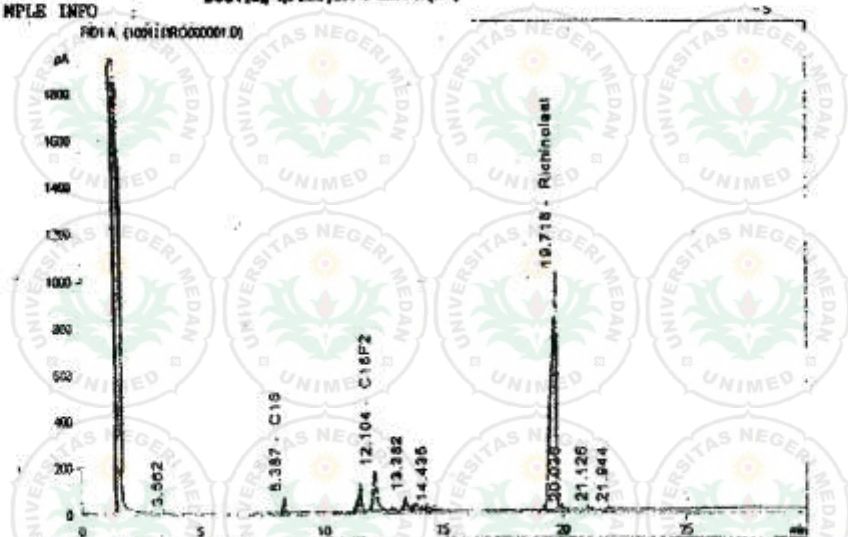
Lampiran 19. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi jumlah dehidrator kondisi: 1,5 jam, 200°C dan 1 % (w/w)

File name: D:\HPCHEM\1\DATA\100111\RO000001.D

MPLS : DCO P₂O₅ 1,5 Jam, 200°C dan 1% (w/w)

MPLS INFO

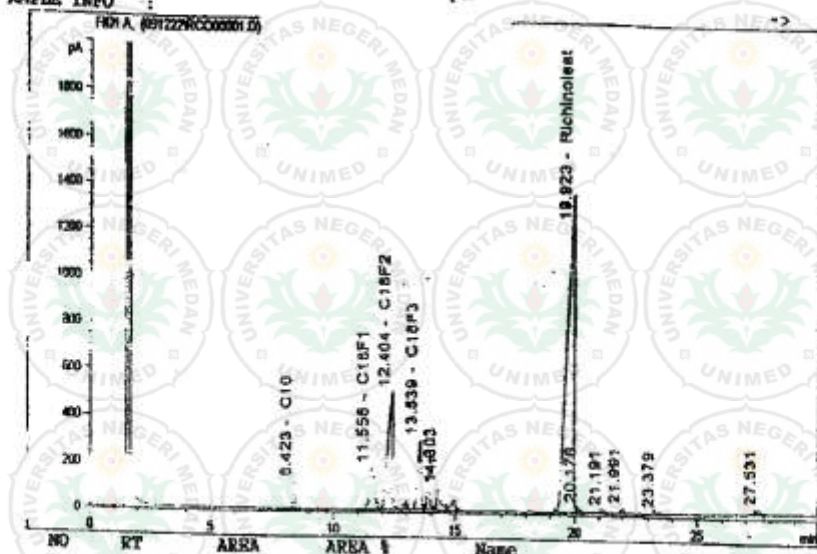
FID1A (100111\RO000001.D)



NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	3.562	24.909	0.131	
2	8.387	339.922	1.792	C16
3	11.389	328.092	1.730	C18P1
4	11.506	734.009	3.870	C18
5	12.104	1811.083	9.548	C18P2
6	12.904	82.604	0.435	
7	13.382	508.411	2.680	
9	14.236	97.351	0.513	
10	14.435	157.991	0.833	
11	14.866	103.804	0.547	
12	19.718	14289.965	75.338	Richinoleat
13	20.036	68.901	0.363	
14	21.126	67.110	0.354	
15	21.944	52.815	0.278	
Totals		18967.731	100.000	

Lampiran 20. Kromatogram DCO dengan dehidrator P_2O_5 variasi jumlah dehidrator kondisi: 1,5 jam, 200°C dan 2 % (w/w)

ata File name: D:\HPCHEM\1\DATA\091222\KCD00001.D
 AMPLS : DCDPO₄ 1,5 jam, 200°C dan 2% (w/w)
 AMPLS INFO :

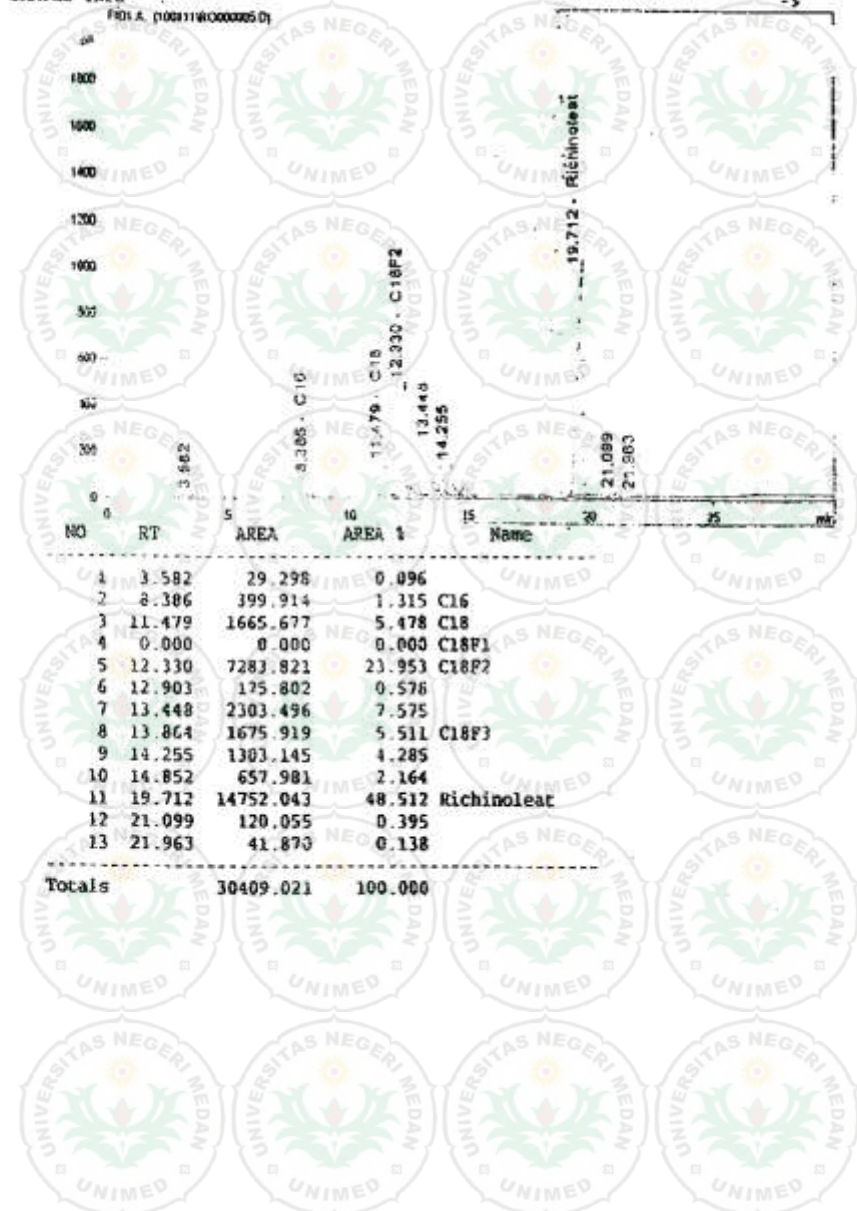


NO	RT	AREA	AREA %	Name
1	8.423	595.930	1.390	C16
2	0.000	0.000	0.000	C18
3	11.558	2374.837	5.537	C18F1
4	12.404	7501.763	17.492	C18F2
5	12.970	221.394	0.516	
6	13.539	2835.891	6.612	C18F3
7	13.937	1736.774	4.050	
8	14.303	1050.267	2.449	
9	14.936	702.803	1.639	
10	19.923	25339.059	59.083	Richinoleat
11	20.176	127.252	0.297	
12	21.191	58.342	0.136	
13	21.991	124.624	0.291	
14	23.379	73.317	0.171	
15	27.531	145.107	0.338	
Totals		42887.361	100.000	

Lampiran 21. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi jumlah dehidrator kondisi: 1,5 jam, 200°C dan 3 % (w/w)

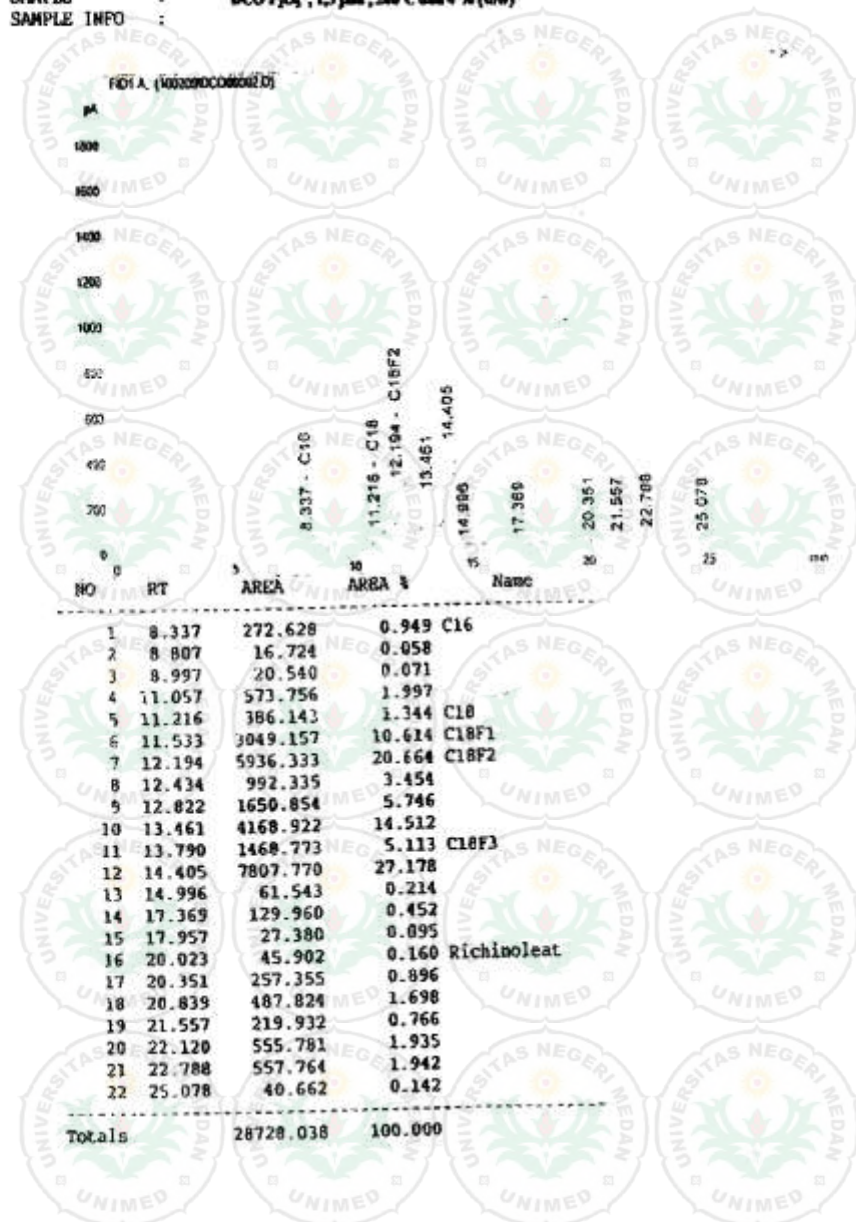
Data File name: D:\HPCHEM\1\DATA\100111\80000005.D
 SAMPLE : DCO P₂O₅ , 1,5 jam , 200°C dan 3 % (w/w)

SAMPLE INFO



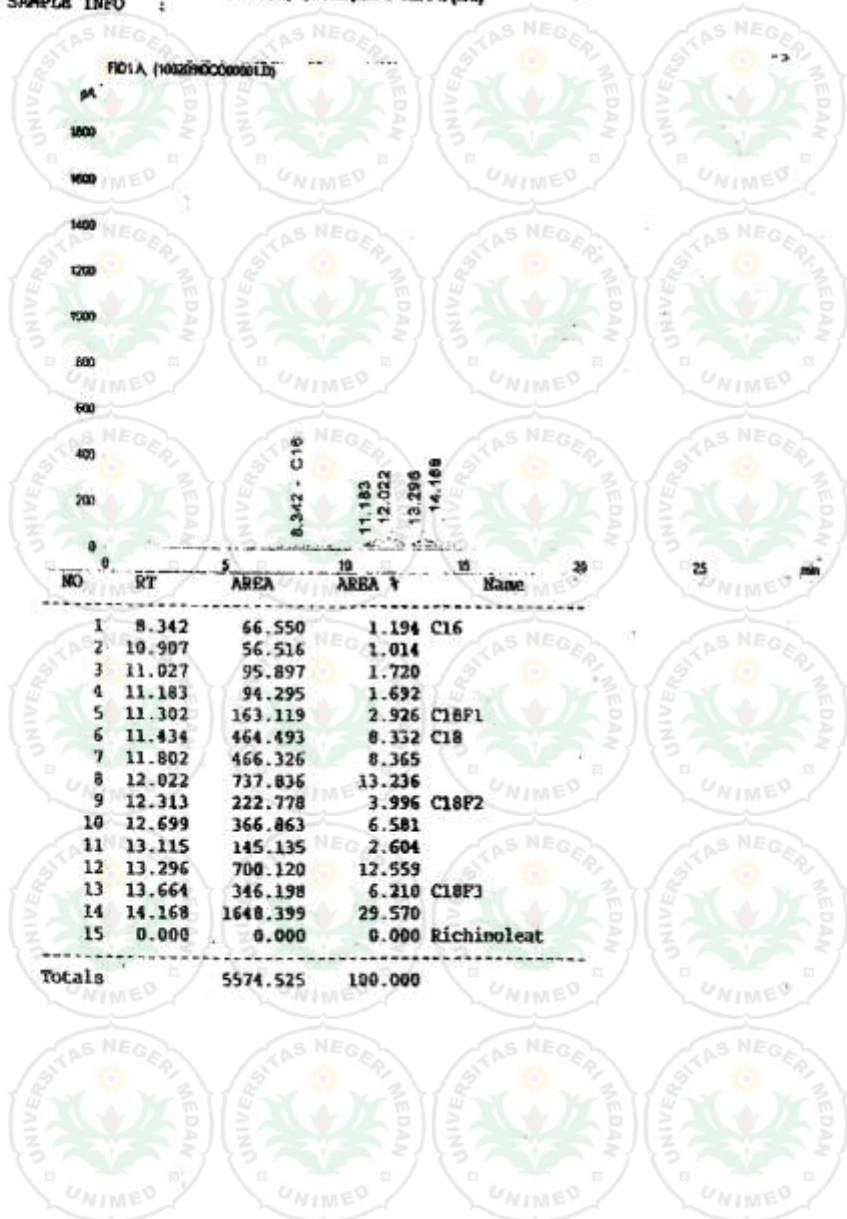
Lampiran 22. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi jumlah dehidrator kondisi: 1,5 jam, 200°C dan 4 % (w/w)

Data File name: D:\HPCHEM\1\DATA\100209\DCO00002.D
 SAMPLE : DCO P₂O₅ , 1,5 jam , 200°C dan 4 % (w/w)
 SAMPLE INFO :



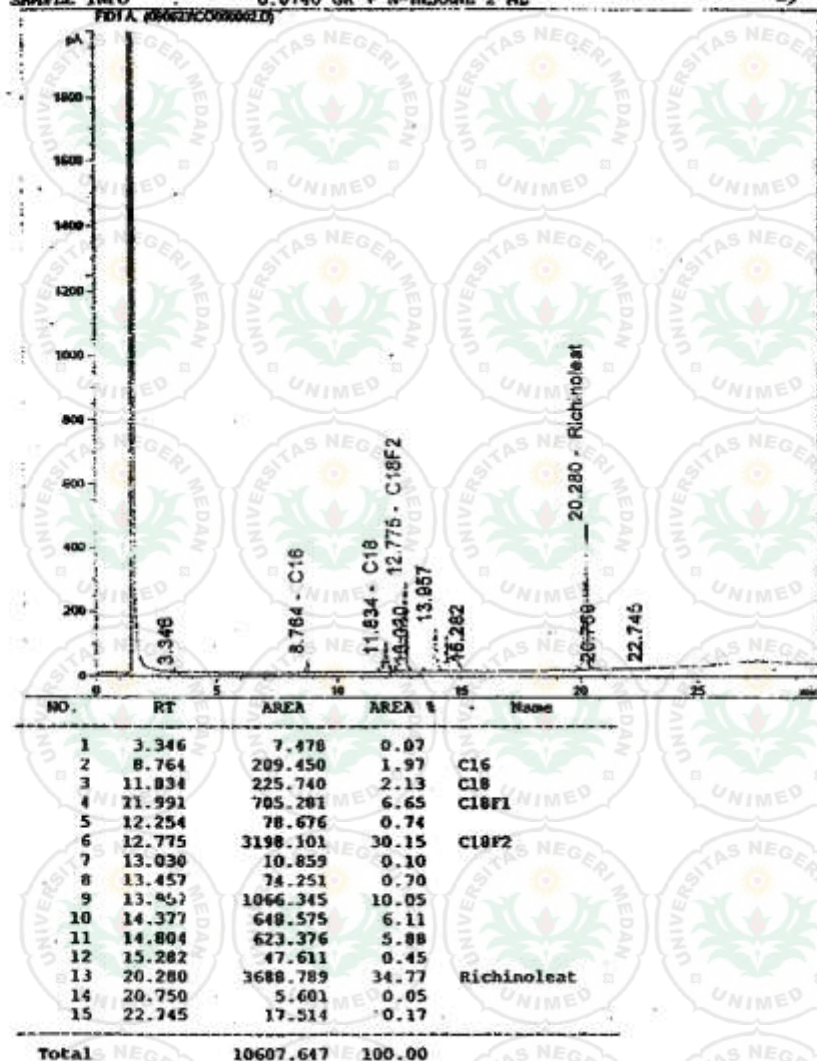
Lampiran 23. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ variasi jumlah dehidrator kondisi: 1,5 jam, 200°C dan 5 % (w/w)

Data File name : D:\HPCHEM\1\DATA\100209\DCO00001.D
 SAMPLE :
 SAMPLE INFO : DCO P₂O₅ 1,5 Jam, 200°C dan 5% (w/w)

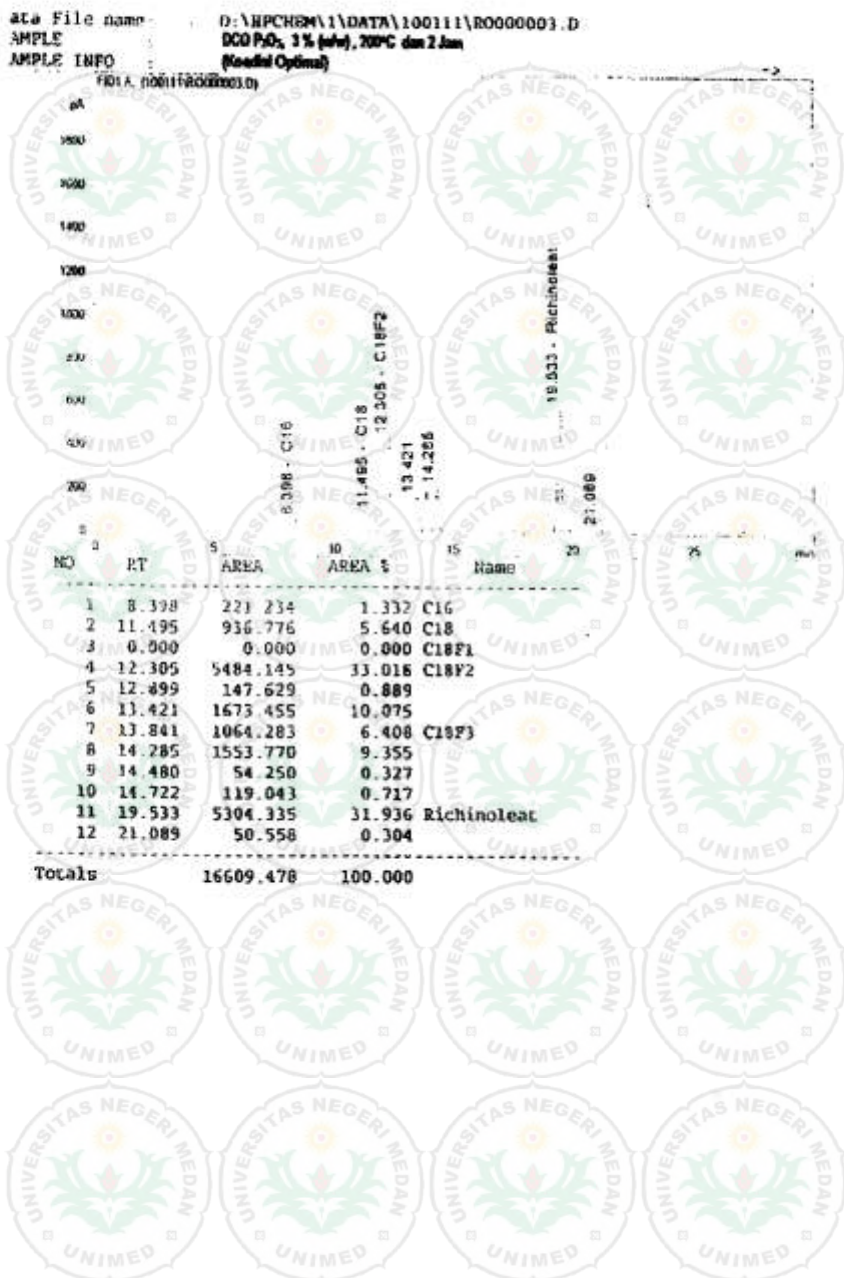


Lampiran 24. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ pada kondisi optimal variasi waktu kondisi: 200°C, 3 % (w/w) 1 jam

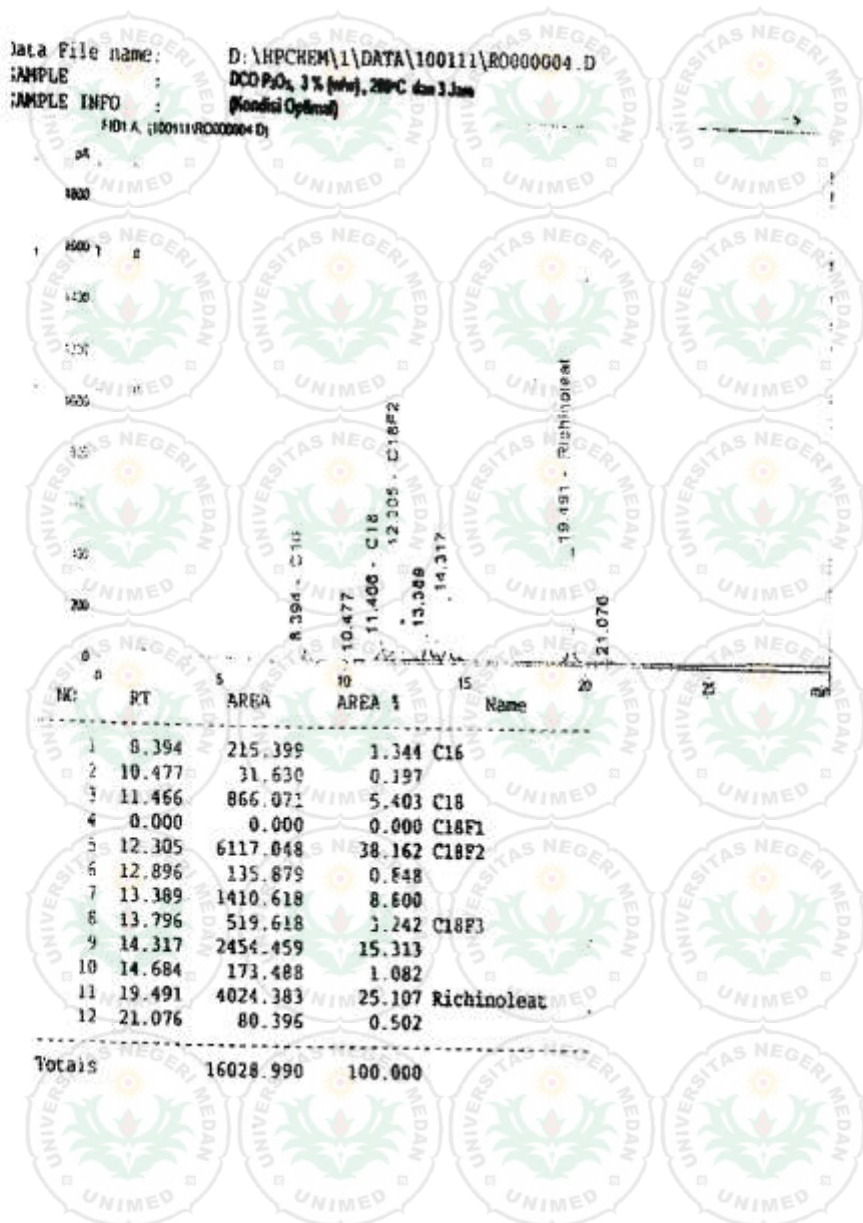
Data File name : C:\HPCHEM\2\DATA\090623\CO000002.D
 SAMPLE : DCO P₂O₅, 3 % (w/w), 200°C dan 1 Jam (Kondisi optimal)
 SAMPLE INFO : 0.0740 GR + N-HEXANE 2 ML →



Lampiran 25. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ pada kondisi optimal variasi waktu kondisi: 200°C, 3 % (w/w) 2 jam

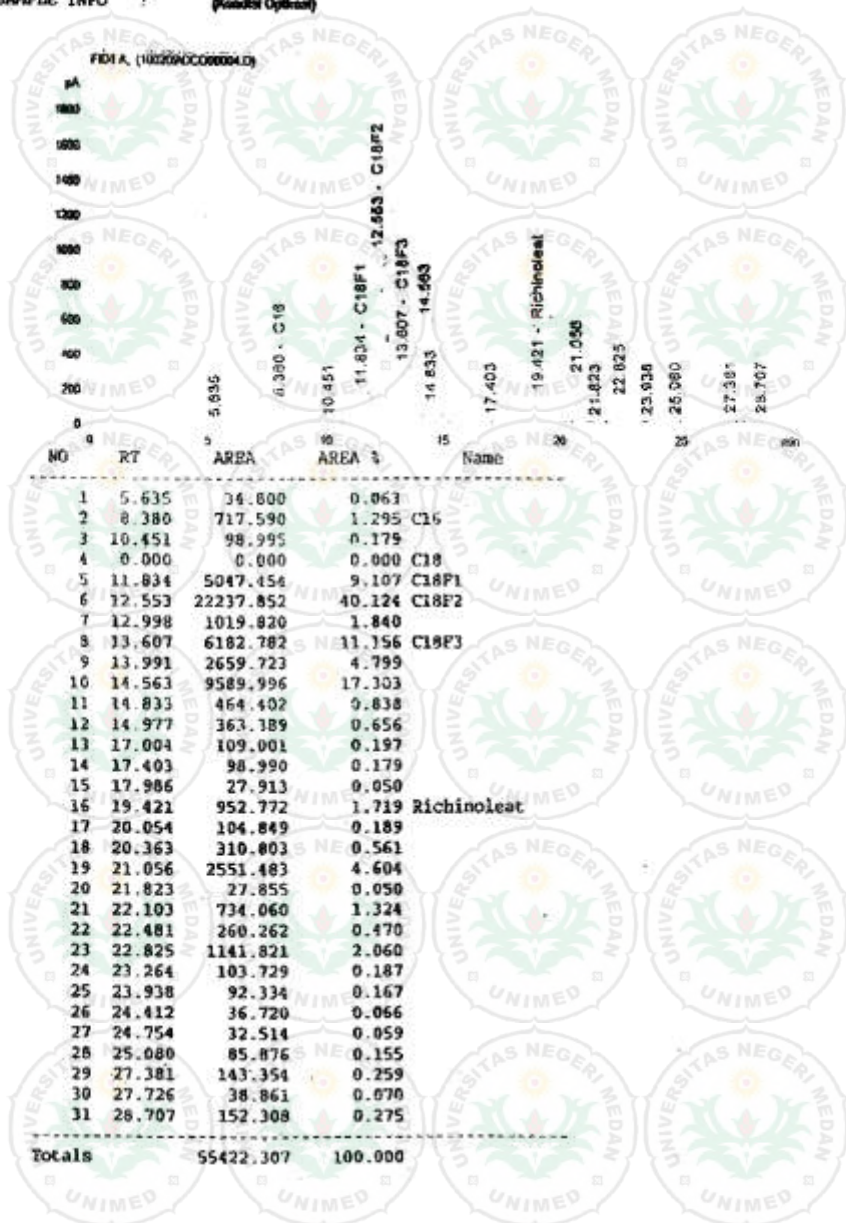


Lampiran 26. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ pada kondisi optimal variasi waktu kondisi: 200°C, 3 % (w/w) 3jam



Lampiran 27. Kromatogram DCO dengan dehidrator P₂O₅ pada kondisi optimal variasi waktu kondisi: 200°C, 3 % (w/w) 4 jam

Data File name: D:\HPCHEM\1\DATA\100209\DCO00004.D
 SAMPLE : DCO P₂O₅ 3% (w/w), 200°C dan 4 Jam
 SAMPLE INFO : (Please Ref. Optimal)



Lampiran 28. Curriculum Vitae Tim Peneliti

BIODATA PENELITI

A. Curriculum Vitae Ketua Peneliti

1. Biodata.

1. Nama Lengkap : Dr. Marham Sitorus, M. Si
2. Tempat Tanggal Lahir : Tapanuli Utara, 01 Januari 1963
3. Jenis Kelamin : Laki - laki
4. N I P/Gol/Jab. Fungsional : 1963010111989031004/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. Sehati Gg. Sepakat No 6
Medan 20237
Tlp/HP: 061-6623957/081533701863
E-mail: marham.sitorus@unimed.ac.id

2. Pendidikan.

No	Institut/Universitas	Tahun Lulus	Spesialisasi
1	S ₁ – FMIPA UGM Yogyakarta	1987	Kimia
2	S ₂ - PPs UGM Yogyakarta	1995	Kimia Organik
3	S ₃ - PPs UNAND Padang	2010	Kimia Organik (Sintesis)

3. Pekerjaan.

No	Tahun	Iustansi	Pekerjaan
1	1989 - 2001	FMIPA UNPATTI Ambon	Dosen Jurusan Kimia
2	2001 – sekarang	FMIPA UNIMED Medan	Dosen Jurusan Kimia
3	Mulai 2011	FMIPA UNIMED	Ketua Prodi Kimia di Jurusan Kimia

4. Pengalaman Penelitian.

No	Judul Penelitian	Tugas Dalam Penelitian	Tahun
1	Isomerisasi Minyak Jarak Hasil Dehidrasi Menjadi Asam Linoleat Terkonjugasi Dan Pemurniannya Dengan Kromatografi Kolom Silikagel Argentonasi	Ketua Peneliti	Hibah Doktor 2010
2	Pengolahan Risinoleat Minyak Jarak Menjadi Asam Linoleat Terkonjugasi Terbarfukan Melalui Reaksi Dehidrasi dan Isomerisasi	Ketua Peneliti	HB Tahun II 2009
3	Pengolahan Risinoleat Minyak Jarak Menjadi Asam Linoleat Terkonjugasi Terbarfukan Melalui Reaksi Dehidrasi dan Isomerisasi	Ketua Peneliti	HB Tahun I 2008
4	Transformasi Risinoleat Minyak Jarak Secara Dehidrasi Menjadi Linoleat Omega - 6 dan Linoleat Terkonjugasi	Ketua Peneliti	PF 2007
5	Dehidrasi Risinoleat Minyak jarak (Castor Oil) Menjadi Linoleat dan Karakterisasinya Sebagai Usaha Pengolahan Minyak Jarak Untuk Konsumsi	Ketua Peneliti	PDM 2005

5. Publikasi.

1. Studi Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak Dengan P_2O_5 ; *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol 12 No 2 Juli 2011 (Terakreditasi).
2. Isomerisasi Minyak Jarak Hasil Dehidrasi Menjadi Asam Linoleat Terkonjugasi Dan Pemisahannya Dengan Kromatografi Kolom Fasa Diam Silikagel yang Dimpregnasi dengan Perak Nitrat; *Jurnal Matematika dan Sains*, Volume 16 No 1 April 2011 (Terakreditasi)
3. Studi Kineltika Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak (Castor Oil); *Jurnal Riset Kimia*; Volume 3 No 2 Maret 2010 (ISSN).
4. Optimasi Kondisi Reaksi Pada Pembuatan Minyak Jarak Terdehidrasi; *Jurnal Sains Indonesia*, Vol 33 No 1 Juni 2009 (ISSN).
5. Transformation of Ricinoleic of Castor Oil into Linoleic (omega - 6) and Conjugated Linoleic Acid; *Indoesian urnal of Chemistry*, Vol 9 No 2 July 2009 (ISSN).

Medan, Oktober 2011



Dr. Marham Sitorus, M. Si

B. Curriculum Vitae Anggota Peneliti

1. Nama Lengkap : Drs. Bazoka Nainggolan, M. Si
 2. Tempat Tanggal Lahir : Simalungun, 15 Agustus 1950
 3. Jenis Kelamin : Laki – laki
 4. N I P/Gol/Jab. Fungsional : 196008151985031006/IV-d/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. Parkit Raya 1/79 Perumnas Mandala
 Medan
 Tlp/HP: 061-7360929/081376247312

B. 2. Pendidikan.

No	Institut/Universitas	Tahun Lulus	Spesialisasi
1	S ₁ – IKIP MEDAN	1984	Pend. Kimia
2	S ₂ - PPs UGM Yogyakarta	1990	Kimia Organik

B. 3. Pekerjaan.

No	Tahun	Instansi	Pekerjaan
1	1985 – sekarang	FMIPA UNIMED Medan	Dosen Jurusan Kimia

B. 4. Pengalaman Penelitian.

No	Judul Penelitian	Tugas Dalam Penelitian	Tahun
1	Hubungan kompetensi dan konsep diri guru terhadap program sertifikasi guru oleh pemerintah	KetuaPeneliti	PHKI UNIMED 2005

B. 5. Publikasi.

1. The relation of competency and self concept teacher toward sertificate programe by government, *Jurnal pendidikan Kimia Pasca Sarjana*, Vol 1 No 1 April 2009.

Medan, Oktober 2011

Drs.Bazoka Nainggolan, MS



**KEMENTERIAN PENDIDIKAN NASIONAL
UNIVERSITAS NEGERI MEDAN
(STATE UNIVERSITY OF MEDAN)
LEMBAGA PENELITIAN
(RESEARCH INSTITUTE)**

Jl. W. Iskandar Psr. V-kotak Pos No.1589 Medan 20221 Telp. (061) 6636757, Fax. (061) 6636757, atau (061) 6613365 Psw 378, E-mail: Penelitian_Unimed@yahoo.com - penelitian.unimed@gmail.com.

**SURAT PERJANJIAN PENGGUNAAN DANA (SP2D)
No.: 106 /UN33.8/PL/2011**

Pada hari ini Rabu tanggal delapan bulan Juni tahun dua ribu sebelas, kami yang bertanda tangan di bawah ini:

1. Dr. Ridwan Abd. Sani, M.Si : Ketua Lembaga Penelitian Universitas Negeri Medan, dan atas nama Rektor Unimed, dan dalam perjanjian ini disebut PIHAK PERTAMA
2. Dr. Marham Sitorus, M. Si : Dosen FMIPA bertindak sebagai Peneliti/Ketua pelaksana *Research Grant*, selanjutnya disebut PIHAK KEDUA

Kedua belah pihak secara bersama-sama telah sepakat mengadakan Surat Perjanjian Penggunaan Dana (SP2D) untuk melakukan kegiatan penelitian *Research/Teaching Grant* sebagai berikut :

Pasal 1

Berdasarkan PO Unimed dan SK Rektor Nomor : 0486/UN33.1/KEP/2011 tanggal 30 Mei 2011, tentang kegiatan Penelitian *Research/Teaching Grant*, PIHAK PERTAMA memberi tugas kepada PIHAK KEDUA dan PIHAK KEDUA menerima tugas tersebut untuk melaksanakan/mengkoordinasikan pelaksanaan kegiatan *Research/Teaching Grant* berjudul :

"Produksi CLA (Conjugated Linoleic Acid) dari Risinoleat Minyak Jarak (Castor Oil)"

yang berada di bawah tanggung jawab yang diketahui oleh : PIHAK KEDUA dengan masa kerja 5 (lima) bulan, terhitung sejak diterbitkannya SP2D ini ditandatangani.

Pasal 2

1. PIHAK PERTAMA memberikan dana penelitian tersebut pada Pasal 1 sebesar Rp. 10.000.000,- (Sepuluh Juta Rupiah), secara bertahap.
2. Tahap pertama sebesar 40% yaitu Rp. 4.000.000,- (Empat Juta Rupiah) dibayarkan sewaktu Surat Perjanjian Penggunaan Dana (SP2D) ini ditandatangani oleh kedua belah pihak.
3. Tahap kedua sebesar 30% yaitu Rp. 3.000.000,- (Tiga Juta Rupiah) dibayarkan setelah PIHAK KEDUA menyerahkan laporan kemajuan *Research/Teaching Grant* dan laporan penggunaan dana kepada PIHAK PERTAMA.
4. Tahap ketiga sebesar 30% yaitu Rp. 3.000.000,- (Tiga Juta Rupiah) dibayarkan setelah PIHAK KEDUA menyerahkan laporan hasil *Research/Teaching Grant* kepada PIHAK PERTAMA.
5. PIHAK KEDUA dikenakan pajak (PPH) sebesar 15% dari jumlah dana kegiatan yang diterima dan disetorkan ke kas negara.
6. Biaya materi untuk SP2D dan kuintansi yang berkaitan dengan administrasi kegiatan ditanggung oleh PIHAK KEDUA

Pasal 3

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

Pasal 4

1. PIHAK KEDUA harus menyelesaikan kegiatan serta menyerahkan laporan hasil kegiatan *Research/Teaching Grant* kepada PIHAK PERTAMA sebagaimana yang dimaksud dalam Pasal 1 (selambat-lambatnya tanggal 12 Nopember 2011) 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 bentuk *compact disk* (CD).
2. Sebelum laporan akhir penelitian diselesaikan PIHAK KEDUA melakukan diseminasi hasil kegiatan melalui forum yang dikordinasikan oleh Lembaga Penelitian yang dananya dibebankan kepada pihak kedua.
3. Diseminasi kegiatan dilakukan di Unimed dengan mengundang dosen dan mahasiswa sebagai peserta.
4. Bukti pengeluaran keuangan menjadi arsip pada PIHAK KEDUA dan 1 (satu) rangkap dilaporkan ke Lemlit Unimed dalam bentuk laporan penggunaan dana *Research/Teaching Grant* paling lambat tanggal 12 Nopember 2011.

Pasal 5

1. Apabila PIHAK KEDUA tidak dapat menyelesaikan pelaksanaan kegiatan *Research/Teaching Grant* sesuai dengan Pasal 1 diatas, maka PIHAK KEDUA wajib mengembalikan dana kegiatan.
2. Apabila sampai batas waktu masa penelitian ini berakhir PIHAK KEDUA belum menyerahkan hasil kegiatan kepada PIHAK PERTAMA, maka PIHAK KEDUA dikenakan denda sebesar 1% perhari dan setinggi-tingginya 5% dari seluruh jumlah dana kegiatan yang diterima sesuai dengan Pasal 2.
3. Bagi dosen 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 kegiatan *Research/Teaching Grant* PIHAK KEDUA wajib mengembalikan dana kegiatan yang telah diterima kepada PIHAK PERTAMA untuk selanjutnya disetorkan kembali ke Kas Negara

Pasal 6

Laporan hasil kegiatan *Research/Teaching Grant* yang tersebut dalam Pasal 4 harus memenuhi ketentuan sbb:

- a. Ukuran kertas kuarto
- b. Warna cover hijau
- c. Dibawah bagian kulit/cover depan ditulis : dibiayai oleh Dana PO Unimed SK Rektor No.0486/UN33.I/KEP/2011 tanggal 30 Mei 2011
- d. Pada bagian akhir laporan hasil penelitian dilampirkan Surat Perjanjian Penggunaan Dana (SP2D)

Pasal 7

Hak cipta produk *Research/Teaching Grant* tersebut ada pada PIHAK KEDUA, sedangkan untuk penggandaan dan penyebaran laporan hasil kegiatan berada dalam PIHAK PERTAMA

Pasal 8

Surat perjanjian kerja ini dibuat rangkap 5 (lima) dimana 2 (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.

Hal-hal yang belum diatur dalam Surat Perjanjian Penggunaan Dana (SP2D) ini akan ditentukan kemudian oleh dua belah pihak.



PIHAK KEDUA

[Signature]
Dr. Marham Sitorus, M. Si
NIP. 196301011989031004

Dehidrasi dilakukan dengan memvariasi jenis dehidrator, waktu reaksi dan jumlah dehidrator.

Reaksi isomerisasi terhadap ikatan rangkap umumnya dikatalisis oleh basa kuat seperti KOH atau NaOH dalam metanol. Selain dengan basa kuat isomerisasi juga dapat berlangsung dengan baik di bawah pengaruh gelombang mikro (*microwave*) (Babby, 1997 dan Zucco, 1997). Katalis basa cocok untuk mengisomerisasi ikatan rangkap pada senyawa fenil propanoid yang mengandung gugus fenol (Peterson *et al.*, 1993), namun tidak cocok untuk mengisomerisasi linoleat, karena akan menyebabkan reaksi penyabunan dan transesterifikasi (Bernas *et al.*, 2003 dan Villeneuve *et al.*, 2005). Secara spesifik isomerisasi linoleat yang telah dilakukan antara lain adalah fotoisomerisasi linoleat dalam minyak kedelai, namun konversinya sangat rendah yaitu maksimal 0,5 % (Gangidi dan Proctor, 2004). Isomerisasi linoleat dengan katalis Wilkinson suatu kompleks rutenium juga dapat berlangsung baik namun permasalahannya adalah sulit mendapatkan katalis tersebut dan berharga sangat mahal serta tidak tersedia sebagai stok, karena baru disintesis bila akan digunakan (Villeneuve *et al.*, 2005).

Penelitian ini bertujuan menentukan metode yang cocok untuk mengisomerisasi linoleat dalam minyak jarak hasil dehidrasi (DCO = *dehydrated castor oil*) menjadi linoleat terkonjugasi (CLA = *conjugated linoleic acid*). Bahan DCO yang digunakan adalah hasil dehidrasi risinoleat minyak jarak dengan dehidrator paling optimal dengan komponen utama campuran linoleat dan CLA (Sitorus *et al.*, 2009). Senyawa CLA lebih bermanfaat dibanding dengan linoleat karena bioaktivitasnya yang lebih luas (Villeneuve *et al.*, 2005), sehingga isomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA akan menaikkan nilai ekonomi DCO secara khusus dan minyak jarak secara umum.

Dalam penelitian ini dikaji dua cara yang telah dimodifikasi untuk mengisomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA yaitu: 1. KOH dalam *n*-butanol dan 2. KOH tanpa pelarut. Laju perubahan risinoleat pada dehidrasi dan laju pertambahan CLA pada isomerisasi diikuti dengan GC. Identifikasi dilakukan dengan analisis menggunakan FTIR dan GC-MS.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan.

Peralatan yang digunakan adalah berbagai peralatan gelas berupa beaker gelas, gelas arloji, gelas ukur, erlenmeyer, corong, corong pisah, pipet volum berbagai ukuran, propipet, pipet pasteur, pengaduk gelas, piknometer, pompa vacuum KRISBOW yang

dilengkapi dengan manometer U, tabung serbuk magnesium dan tabung silikagel, tabung gas Nitrogen, alat GC HP. Spektrofotometer FTIR SHIMADZU IR Prestige – 21 dan alat GC- MS SIMADZU QP2010S. Sedangkan bahan kimia habis pakai yang digunakan adalah Sampel minyak jarak yang digunakan adalah yang diperdagangkan di kota medan dengan grade II atau *RDCO (Refine and Deodorized Castor OIL)* dari toko Ascan Medan. Bahan kimia habis pakai yang digunakan semua adalah grade pro-analysis (pa) MERK yaitu : standar metil ester asam linoleat terkonjugasi (FAME CLA), H_3PO_4 , P_2O_5 , $NaHSO_4$, $NaHSO_3$, Na_2CO_3 , Al_2O_3 , *molecular sieve*, bentonit, logam natrium (Na), metanol absolut, etanol absolut, serbuk logam Zn sebagai anti polimerisasi, pereaksi Wijs, NaOH, KOH, Na_2SO_3 , $H_2C_2O_4$, $Na_2S_2O_3$, $K_2Cr_2O_7$, asam asetat anhidrida, indikator kanji, indikator pp, serbuk Mg untuk memurnikan gas Nitrogen, Na_2SO_4 anhidrus, $CaCl_2$, n-heksana, aseton, silikagel 60, perak nitrat, plat KL, Iodium, FAME CLA standar produksi sigma, akuades, pH universal, dan gas nitrogen dari aneka gas Medan.

Prosedur Penelitian

Penentuan Komposisi Minyak Jarak Dan DCO .

Sebanyak 15 mL minyak jarak komersil atau DCO dicampur dengan 50 mL 1% Na metanol. Selanjutnya dilakukan refluks pada suhu sekitar $60^{\circ}C$ sampai $90^{\circ}C$ 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 dinalisis dengan GC, FTIR dan GC -MS.

Pengaruh Jenis Dehidrator, Lama Reaksi Suhu Dan Jumlah Dehidrator Pada Dehidrasi Risinoleat.

Pengaruh jenis dehidrator dilakukan pada kondisi yang identik (suhu $175^{\circ}C$), 2% (w/w) dehidrator dan waktu refluks 1 jam. Selanjutnya setiap pengkajian parameter yang dipelajari dilakukan pada kondisi dua parameter lain konstan . Reaksi dilakukan pada aliran gas nitrogen, dengan tekanan berkisar antara 50 sampai 70 mmHg dan kecepatan pengadukan berkisar antara 800 sampai 1000 rpm dengan penambahan 0,1g serbuk Zn sebagai anti polimerisasi dengan langkah seperti berikut.

1. Pengaruh lama reaksi dilakukan dengan variasi waktu reaksi 1, 2, 3, 4 jam dengan jumlah dehidrator 2 % (w/w) pada suhu $125^{\circ}C$.

2. Pengaruh suhu dilakukan dengan variasi suhu 100, 125, 150, 175, 200, 225°C dengan jumlah dehidrator 2 % (w/w) dan lama reaksi 1 Jam.
3. Pengaruh jumlah dehidrator dilakukan dengan variasi jumlah dehidrator 1, 2, 3, 4, 5 % w/w pada suhu 125°C dan waktu reaksi 1 Jam.

Setiap parameter yang dipelajari dibuat data GC, sedangkan DCO paling optimal dibuat data spektra FTIR dan GC – MS yang dibandingkan terhadap minyak jarak.

Isomerisasi Linoleat Dalam Minyak Jarak Hasil Dehidrasi Menjadi Asam Linoleat Terkonjugasi

Isomerisasi dilakukan terhadap 25 mL (24,0075 g) minyak jarak hasil dehidrasi (DCO) dengan kadar linoleat (LA = linoleic acid) dan asam linoleat terkonjugasi (CLA = conjugated linoleic acid) tertinggi dengan tujuan merubah LA menjadi CLA isomerisasi dilakukan dengan dua cara sebagai berikut:

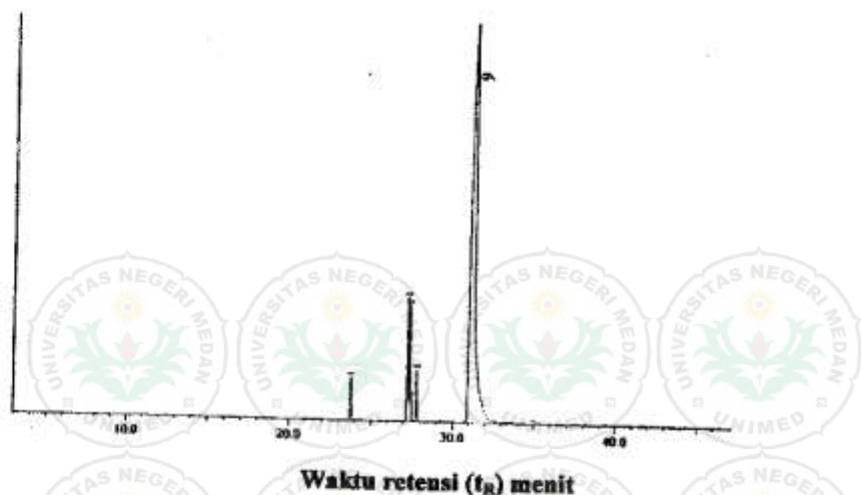
1. KOH 2 M pelarut n – butanol : DCO (3: 1), pada suhu refluks dengan aliran gas Nitrogen, pengurangan tekanan 50 – 70 mm Hg, dan pengadukan 800 – 1000 rpm selama 2 jam.
2. KOH tanpa pelarut 1 % (w/v) terhadap DCO pada suhu refluks dengan aliran gas Nitrogen, pengurangan tekanan 50 – 70 mm Hg, dan pengadukan 800 – 1000 rpm selama 2 jam.

Hasil isomerisasi dianalisis dan diidentifikasi dengan GC, spektrofotometer FTIR dan GC – MS yang dibandingkan dengan standar CLA otentik. Hasil interpretasi adalah memperoleh teknik isomerisasi optimal.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Komposisi Minyak Jarak.

Komposisi komponen utama minyak jarak secara lebih terperinci dianalisis dengan GC-MS dengan kromatogram pada gambar 1.



Gambar 1 . Kromatogram GC – MS minyak jarak

Berdasarkan hasil analisis GC – MS dengan menginterpretasi *library data* maka komposisi penyusun minyak jarak yang digunakan adalah : 1,57 % palmitat, 5,64 % linoleat, 4,86 % oleat dan 85,26 % risinoleat.

Studi Jenis Dehidrator Pada Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak

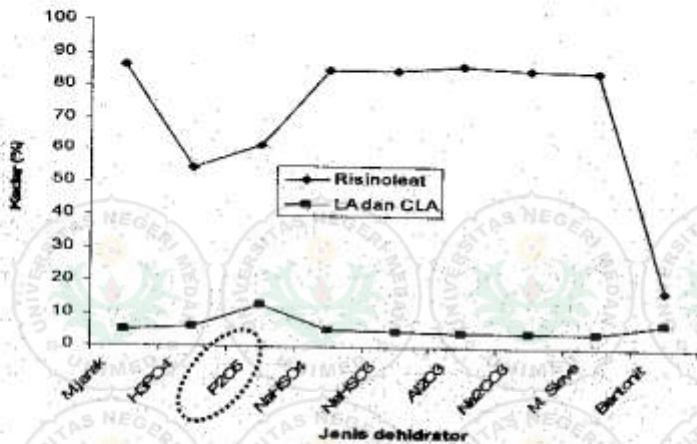
Laju penurunan kadar risinoleat dan kenaikan kadar campuran LA dan CLA diikuti dengan menganalisis setiap DCO yang dihasilkan dengan GC. Hasil yang diperoleh adalah seperti tabel 1 dan gambar 2..

Tabel 1. Perubahan kadar risinoleat dan kadar LA dan CLA pada dehidrasi risinoleat minyak jarak pada suhu 175°C 2 % (w/w) dan 1 jam dengan variasi jenis dehidrator

Dehidrator	Perubahan kadar (%) ^a	
	Risinoleat	LA dan CLA
1. M. jarak	86,40	4,74
2. H ₃ PO ₄	54,31	5,86
3. P ₂ O ₅ ^b	61,66	12,79
4. NaHSO ₄	85,37	5,30
5. NaHSO ₃	85,43	5,07
6. Al ₂ O ₃	86,89	4,59
7. Na ₂ CO ₃	85,80	4,65
8. mol.sieve	85,12	4,53
9. Bentonit Kat. Asam	17,71	7,41

a. relatif terhadap luas puncak

b. dehidrator paling optimal (kemoselektif)



Gambar 2. Perubahan kadar risinoleat dan kadar LA dan CLA pada dehidrasi risinoleat minyak jarak pada 175°C, 2 % w/w dan 1 jam dengan variasi jenis dehidrator

Berdasarkan tabel 1 dan gambar 2 yang ditandai dengan lingkaran putus – putus maka dehidrator yang paling baik adalah P₂O₅ karena dengan dehidrator tersebut menyebabkan terjadi penurunan kadar risinoleat paling besar yaitu (86,40 – 61,66) sebesar 24,74 % dan kenaikan kadar LA dan CLA paling tinggi yaitu (12,79 – 4,74) sebesar 8,05%.

Dehidrator P₂O₅ menarik air dari molekul alkohol dalam hal ini risinoleat, dimana dehidrator bereaksi secara kimia dengan air membentuk asam fosfat (H₃PO₄). Dehidrator NaHSO₃ dan NaHSO₄ adalah identik yaitu menarik air dengan aktivitas kimia dengan membentuk hidrat dimana dehidrator tipe ini akan efektif menarik air bebas. Secara teoritis kedua dehidrator ini juga dapat menghasilkan proton dari ionisasi HSO₃⁻ dan HSO₄⁻ namun dalam hal ini akan sulit terjadi karena reaksi tidak menggunakan media yang polar. Kedua hal inilah yang diprediksi yang menyebabkan kedua dehidrator tersebut tidak efektif sebagai dehidrator. Dehidrator Na₂CO₃ adalah dehidrator yang menarik air dengan aktivitas kimia dengan cara pembentukan hidrat sehingga juga tidak efektif bila digunakan sebagai dehidrator terhadap risinoleat dan lebih efektif bila digunakan untuk menarik air bebas. Dehidrator Al₂O₃ pada prinsipnya dapat menarik air melalui aktivitas kimia dan membentuk Al(OH)₃, namun karena rantai hidrokarbon (non polar) yang sangat panjang yang menyebabkan rendahnya kepolaran gugus (-OH) sehingga tidak cukup reaktif bila diserang oleh Al₂O₃. *Molecular sieve* atau tamis molekular dapat menarik air melalui aktivitas fisik yaitu melalui adsorpsi porus dehidrator sehingga juga tidak efektif sebagai

dehidrator untuk risinoleat. Dehidrator bentonit dengan katalis asam adalah kombinasi penarikan air melalui aktivitas fisik dan aktifitas kimia, karena bentonit bersifat sebagai adsorben dan katalis asam adalah untuk mengaktifasi gugus alkohol. Hasil penelitian menunjukkan terjadi penurunan kadar risinoleat yang sangat besar yaitu (86,40 – 17,71) sebesar 69,28% namun LA dan CLA yang dihasilkan relatif rendah yaitu (7,41 – 4,74) atau sebesar 2,67 % yang mengindikasikan terjadi reaksi samping. Hasil analisis dengan GC (kromatogram lampiran 9) menunjukkan bahwa terbentuk produk samping yang cukup besar sesudah puncak risinoleat yaitu satu komponen tidak teridentifikasi yaitu puncak 9 ($t_R = 26,589$ menit sebesar 12,00 %) dan satu puncak teridentifikasi yaitu puncak 11 ($t_R = 27,01$ menit sebesar 44,21 %) adalah senyawa 8,11 – oktadekadienat. Selanjutnya berdasarkan data GC juga diperoleh produk samping sebelum puncak risinoleat yaitu puncak 15 ($t_R = 20,025$ menit sebesar 29,41 %) adalah lemak C18 dengan tiga ketidakjenuhan atau linolenat [C18:3(9,12,15)] yang diperkirakan terbentuk melalui penambahan ketidakjenuhan (desaturasi) melalui proses dehidrogenisasi pada suhu tinggi yang analog dengan desaturasi secara enzimatis (Surette, 2008). Dengan demikian bentonit yang dikatalisis asam juga tidak cocok digunakan untuk mendehidrasi risinoleat. Dehidrasi dengan asam fosfat (H_3PO_4) juga menyebabkan penurunan kadar risinoleat yang relatif besar yaitu (86,40 – 61,66) sebesar 19,74 %, namun campuran LA dan CLA yang terbentuk juga relatif kecil yaitu hanya (5,56 – 4,74) sebesar 1,12 % yang juga mengindikasikan terjadinya produk samping. Walaupun dehidrator asam fosfat menarik air melalui aktivitas kimia melalui serangan H^+ terhadap gugus (-OH) namun kurang optimal sebagai dehidrator karena menyebabkan berbagai reaksi samping. Efektivitas dari P_2O_5 sebagai dehidrator adalah karena strukturnya dalam bentuk dimer yang rumus molekulnya adalah P_4O_{10} dengan struktur berbentuk sangkar sehingga sangat stabil.

Studi Waktu Suhu Dan Jumlah Dehidrator P_2O_5 Pada Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak

Laju pengurangan risinoleat dan penambahan linoleat dan CLA diikuti dengan menganalisis tiap hasil dehidrasi dengan GC. Kajian pengaruh tiap faktor reaksi terhadap penurunan risinoleat dan kenaikan kadar linoleat dan CLA dilakukan pada keadaan dua faktor lainnya konstan sebagai kontrol. Kondisi optimal adalah faktor yang menyebabkan laju penurunan risinoleat dan laju penambahan linoleat dan CLA tertinggi seperti tabel 2 dan grafik pada gambar 3.

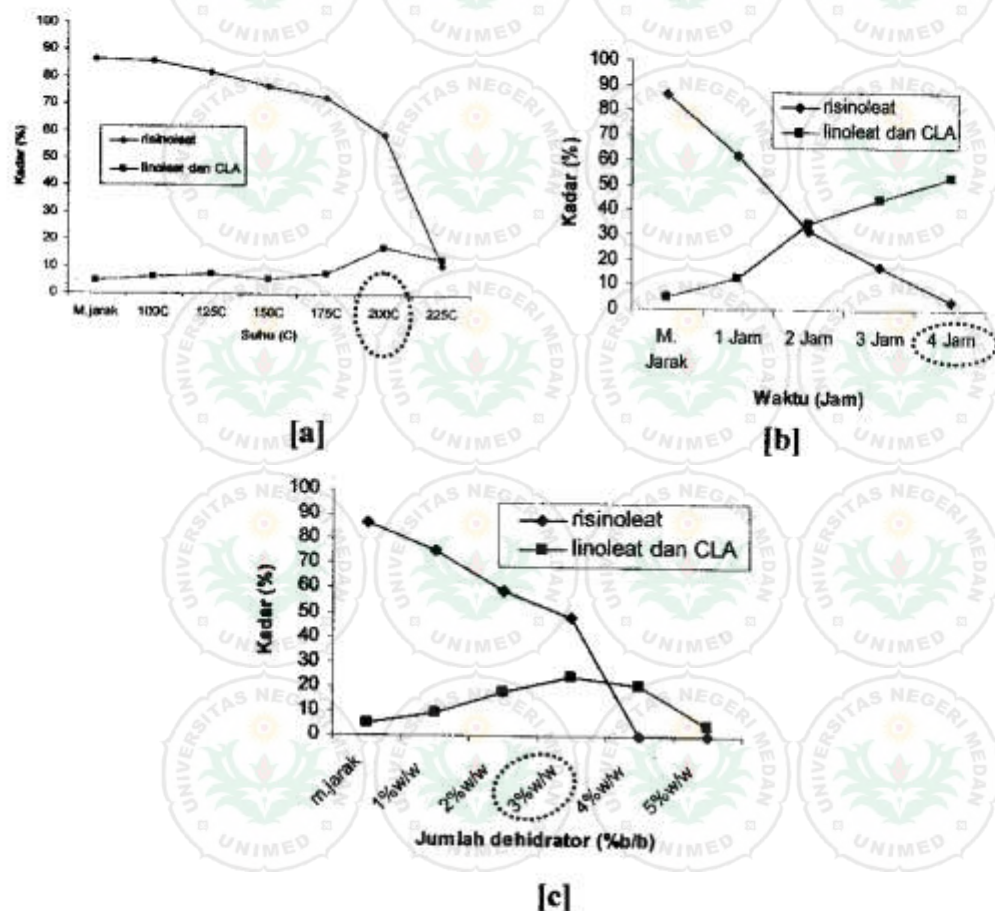
Tabel 2. Laju pengurangan risinoleat dan penambahan linoleat dan CLA dehidrasi risinoleat minyak jarak dengan dehidrator P_2O_5 variasi suhu waktu dan jumlah dehidrator

Variasi suhu (2% w/w dan 175°C)			Variasi waktu (2% w/w dan 1,5 jam)			Variasi jumlah dehidrator (200°C dan 1,5 jam)		
Suhu (C)	Kadar (%) ^a		Waktu (Jam)	Kadar (%) ^a		Jumlah (%w/w)	Kadar (%) ^a	
	Ris ^b	Linoleat dan CLA ^c		Ris ^b	Linoleat dan CLA		Ris ^b	linoleat dan CLA
m.jarak ^e	86,40	4,74	m. jarak ^e	86,40	4,74	m.jarak ^e	86,40	4,74
100	85,67	6,14	1	61,67	12,78	1	75,34	9,55
125	81,66	7,37	2	31,77	34,62	2	59,08	17,49
150	76,77	5,65	3	17,48	44,24	3 ^d	48,51	23,95
175	72,60	7,60	4 ^d	3,36	53,56	4	0,16	20,66
200 ^d	59,08	17,50				5	0,0	4,00
225	10,87	13,19						

a. relatif terhadap luas puncak b. Ris adalah risinoleat

c. minyak jarak sebagai bahan awal dengan kadar risinoleat 86,40 % dan linoleat 4,74%

d. Suhu, waktu dan jumlah dehidrator optimal



Gambar 3. Laju pengurangan risinoleat dan laju penambahan linoleat dan CLA: [a]. terhadap suhu, [b]. terhadap waktu dan [c]. terhadap jumlah dehidrator pada dehidrasi risinoleat minyak jarak dengan P_2O_5

Hasil tabel 2 dan gambar 3 (lingkaran putus – putus) menunjukkan laju pengurangan risinoleat dan laju pertambahan CLA tertinggi untuk tiap – tiap faktor yang dikaji adalah pada suhu 200°C (risinoleat turun menjadi 59,08% dan linoleat dan CLA naik menjadi 17,50%), waktu 4 jam (risinoleat turun menjadi 3,36% dan linoleat dan CLA naik menjadi 53,56%) dan jumlah dehidrator P₂O₅ 3 % (w/w) terhadap minyak jarak (risinoleat turun menjadi 48,51% dan linoleat dan CLA naik menjadi 23,95%). Dengan demikian maka kondisi optimal dehidrasi risinoleat minyak jarak adadan dengan suhu 200°C, waktu 4 jam dan jumlah P₂O₅ adalah 3% (w/w) terhadap minyak jarak, karena kondisi inilah yang menyebabkan laju penurunan risinoleat dan laju kenaikan CLA paling tinggi.

Isomerisasi Linoleat Pada Minyak Jarak Hasil Dehidrasi Menjadi Asam Linoeat Terkonjugasi (CLA).

Isomerisasi dengan perpindahan ikatan rangkap terhadap alkena umum dilakukan dengan katalis basa KOH dan NaOH dengan pelarut metanol (Peterson *et al.*, 1993, David *et al.*, 1999 dan Kadarohman, 2003). Isomerisasi dengan katalis basa adalah melalui pengambilan H_α dari ikatan rangkap oleh basa yang selanjutnya secara total akan terjadi pergeseran ikatan rangkap. Isomerisasi dengan basa akan efektif bila digunakan untuk isomerisasi senyawa fenil propanoid yang cincinya mengandung gugus fenol dan propanoidnya mengandung alkena seperti eugenol dan safrol (Kadarohman, 2003).

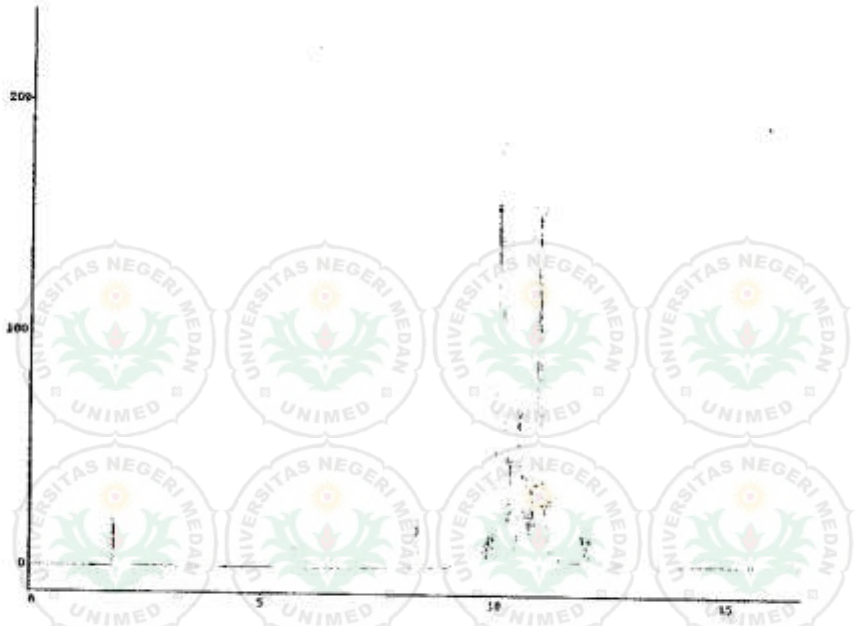
Isomerisasi linoleat menjadi CLA harus dilakukan dengan perlakuan khusus untuk mencegah terjadinya reaksi samping dan hasilnya optimal. Isomerisasi linoleat menjadi CLA akan menyebabkan dua jenis pergeseran alkena dengan kemungkinan yang sama dari C₁₂ ke C₁₁ menghasilkan CLA [C18 : 2 (9,11)] dan dari C₉ ke C₁₀ dengan produk CLA [C18 : 2 (10,12)]. Isomerisasi linoleat dalam DCO menjadimCLA tidak dapat dilakukan dengan basa KOH atau NaOH dalam metanol, karena akan terjadi reaksi samping pembentukan sabun (safonifikasi) dan pembentukan metis ester asam lemak (*FAME = fatty acid methyl ester*) (Villeneuve *et al.*, 2005). Reaksi penyabunan dimungkinkan terjadi karena metanol masih mengandung air walapun dengan kadar yang rendah, sedangkan metil ester asam lemak akan terbentuk dari reaksi antara Na-metoksida dengan gliserida. Dalam penelitian isomerisasi linoleat pada DCO juga dicobakan dengan katalis basa KOH dengan modifikasi pelarut yaitu dengan mengantinya dengan n-butanol dan tanpa menggunakan pelarut. Tujuan penggunaan pelarut n – butanol yang lebih hidrofobik

adalah untuk meminimalisasi air, karena air mempunyai kelarutan yang rendah dalam *n*-butanol, sehingga meminimalisasi terjadinya reaksi penyabunan dan ester asam lemak. Dasar pemikiran ini analog dengan tujuan dilakukannya isomerisasi dengan KOH tanpa pelarut yang diasumsikan bila tidak menggunakan pelarut akan bebas dari air.

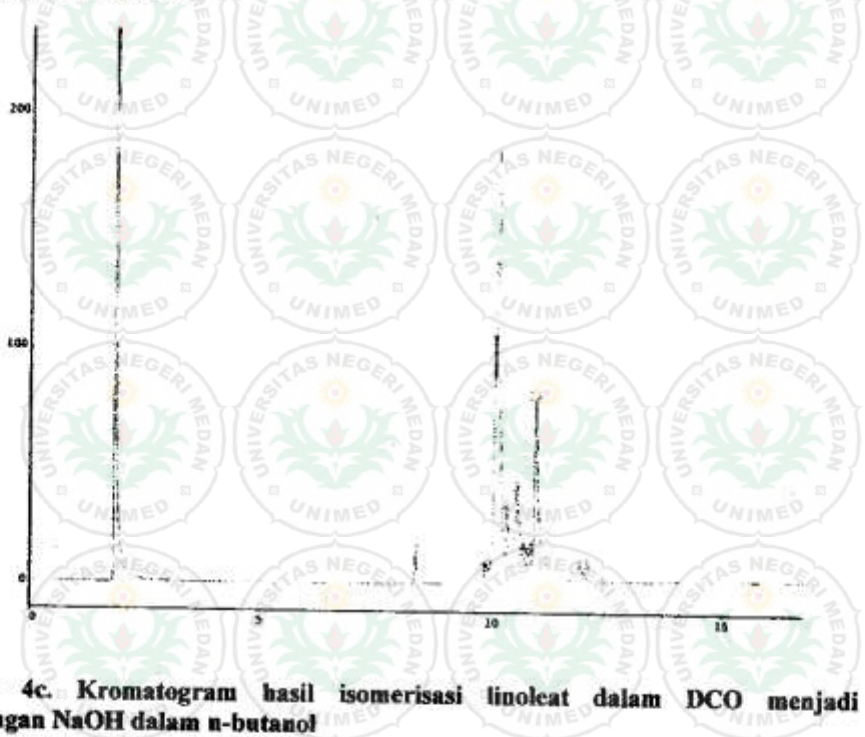
Dengan demikian penelitian telah mengkaji dua cara atau teknik isomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA yaitu : [1]. isomerisasi dengan KOH menggunakan pelarut *n*-butanol; dan [2]. isomerisasi dengan KOH tanpa pelarut. Kedua metode yang dicobakan karena relatif lebih murah, sederhana dan efisien. Hasil isomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA dengan kedua teknik isomerisasi dianalisis dengan GC yang dibandingkan dengan CLA standar dengan kromatogram seperti gambar 4.



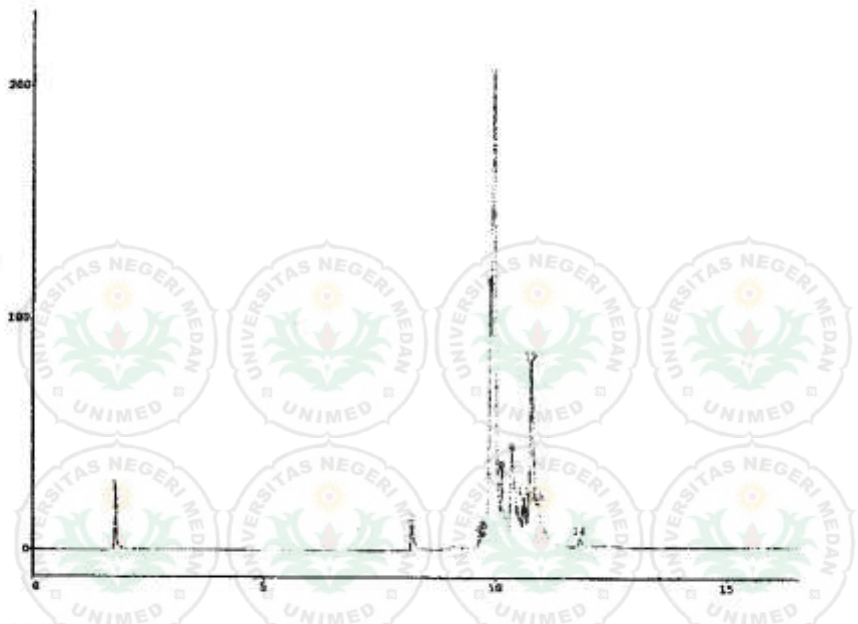
Gambar 4a: Kromatogram linoleat terkonjugasi (CLA = conjugated linoleic acid) standar



Gambar 4b. Kromatogram minyak jarak hasil dehidrasi (DCO = *dehydrated castor oil*) sebelum dehidrasi



Gambar 4c. Kromatogram hasil isomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA dengan NaOH dalam n-butanol



Gambar 4d. Kromatogram hasil isomerisasi linoleat dalam DCO menjadi CLA dengan NaOH tanpa pelarut

Hasil analisis terhadap kromatogram pada Gambar 4 yang dibandingkan dengan data standar, maka diidentifikasi 7 komponen penyusun yaitu : 1. linoleat (9c-12c), 2. linoleat (9c/t-12t/c), 3. stearat, 4. CLA (9c/t-11t/c), 5. linoleat (9t-11t), 6. CLA (9t-11t) dan 7. sisa risinoleat dengan komposisi seperti pada tabel 3.

Tabel 3 . Komposisi dari CLA standar, DCO sebelum isomerisasi dan hasil isomerisasi dengan cara KOH pelarut n-butanol, KOH tanpa pelarut dan terimbas *microwave*

Komponen ^a	Kadar (%) ^b			
	Standar CLA	Sebelum Isomerisasi	Isomerisasi KOH-Tanpa Pelarut	Isomerisasi dengan KOH pelarut n-butanol
Linoleat (9c - 12c)	0,72 [3/10,037]	12,41 [6/10,032]	td	12,13 [6/9,872]
Linoleat (9c/t - 12t/c)	39,38 [5/10,556]	39,00 [7/10,108]	45,84 [2/10,633]	41,41 [7/9,943]
Stearat (C18:0)	ta	4,53 [8/10,031]	td	5,15 [8/10,145]
CLA (9c/t - 11t/c)	43,41 [6/10,658]	12,08 [9/10,51]	10,80 [3/11,494]	11,72 [9/10,348]
5.Linoleat (9t - 12t)	5,21 [7/10,794]	3,36 [11/10,776]	34,10 [4/11,496]	1,96 [11/10,615]
CLA (9t - 11t)	8,90 [8/10,926]	19,93 [12/10,925]	9,25 [5/11,576]	22,7 [12/10,769]
Risinoleat	ta	0,55 [14/11,962]	td	0,47 [14/11,814]

a. penomoran dalam kurung () adalah posisi ikatan rangkap, c adalah cis dan t adalah trans

b. relatif terhadap luas puncak yang dikoreksi terhadap pelarut dengan bilangan dalam kurung

[/] adalah no puncak/waktu retensi dalam menit

ta : tidak ada dan td : tidak terdeteksi

Kadar total linoleat dan total CLA berdasarkan tabel 3 adalah: [1]. sebelum isomerisasi total linoleat adalah 54,77 % dan total CLA adalah 32,01 % [2]. isomerisasi dengan KOH dalam n-butanol total linoleat adalah 79,94% dan total CLA adalah 20,06% (terjadi penurunan CLA sebesar 11,95%), [3]. isomerisasi dengan NaOH tanpa pelarut total linoleat adalah 55,49% dan total CLA adalah 33,98% (terjadi kenaikan CLA sebesar 1,97%). Data ini mengindikasikan bahwa cara tersebut yang paling cocok untuk mengisomerisasi

Kesimpulan

Dehidrator paling optimal (kemoselektif) untuk mendehidrasi risinoleat minyak jarak menjadi DCO adalah difosfor pentaoksida (P_2O_5) dengan kondisi optimal adalah : waktu dehidrasi 4 jam, suhu reaksi $200^{\circ}C$ dan jumlah dehidrator 3 % (w/w) terhadap minyak jarak dengan konversi (Yield) sebesar 97,94 %. Dehidrator P_2O_5 menarik air dari risinoleat melalui aktivitas kimia yaitu dengan bereaksi dengan gugus alkohol yang diaktivasi sehingga sangat efektif sebagai dehidrator yang ditunjukkan dengan tingginya konversi (yield) hasil. Penggunaan dehidrator P_2O_5 secara spesifik mendehidrasi risinoleat

dalam minyak jarak adalah merupakan aplikasi baru. Isomerisasi linoleat dalam DCO paling optimal dengan KOH tanpa pelarut. Komposisi hasil isomerisasi yang dianalisis dengan GC-MS dibandingkan dengan standar CLA adalah: linoleat (9c – 12c) 12,13%; linoleat (9c/t – 12t/c) 41,41%; CLA (9c/t – 11t/c) 11,72%; CLA (9t – 11t) 22,27% dan sisa risinoleat 0,47%.

Ucapan Terimakasih

Terima kasih disampaikan kepada Reset Grant UNIMED yang mendanai penelitian ini. Terima kasih juga disampaikan kepada Drs. Manius Sianipar Kepala Laboratorium SOCI yang membantu analisis GC dan Dr. Tutik Dwi Wahyuningsih, M.Si yang membantu analisis GC – MS

Daftar Pustaka

- Allonso . L, E. P. Guesta and S. E. Gillilang, 2003, Production of Free Conjugated Linoleic Acid Isomers by *Lactobacillus acidophilus casei* of Human Intestinal Origin; *J. Dairy Sci* 86: 1941 – 1946.
- Bangsaganya .R. J, R. Hontecillas and D .C. Beitz, 2002, Colonie Anti – inflamantory Mechanism of Conjugated Linoleic Acid ; *Clin . Nutr* 21: 451 – 459.
- Bauman. D. E, L. H. Baumgard; B. A. Corl; and J. M. Criinari, 1999, Biosynthesis of Conjugated linoleic Acid in Ruminants, *Proceeding of The American Society of Animal Science USA*.
- Davis J. C ; 1997, Advanced Physical Chemistry Molecules Structure And Spectra; *The Ronald Press Company* New York.
- 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* 79: 1190 – 1198.
- Kritchevsky .D, S. A. Tepper, S. Wright, P. Tso and S.K. Czarnecki, 2000, Influence of Conjugated Linoleic Acid (CLA) on Establishment And Progession of Artherosclerosis in Rabbits, *J. Am. Coll. Nutr* 19: 472 – 477.
- Liangli .Y, 2001, Free Radical Scavenging of Conjugated Linoleic Acid, *J. Agr. and Food Chem.* 49: 3452 – 3456.
- Liangli.Y, D. Adams and M. Gabel, 2002, Conjugated Linoleid Acid Differs in Their Free Radical Scavenging Properties, *J. Agr. and Food Chem.* 50: 4135 – 4140.
- Malpuegch .B.C, W. P. Van de Venne, R. P. Mensick, M. A. Arnal and B. Beaufriere, 2004, Effects of Two Conjugated Lionoleic Acid Isomers on Body Fat Mass in Overwight Humans, *Obesity Res.* 72:591 – 598.
- McLeod. R. S, A. M. Le Blanc, M. A. Langille, P. L. Mitchel and D. L. Currie, 2004, Conjugated Linoleic Acid Atherosclerosis And Hepatic Very – Low –Dencity Lipoprotein Metabolism, *Am. J. Clin. Nutr.* 79:1169 – 1174.
- Nagao . K. N, N. Inoue, Y. M. Wang and T. Yanagita, 2003, The t10, c12 Isomer of Conjugated Linoleic Acid Suppresses The Development of Hypertention in Otsuka Long Evans Tokushima Fatty Rats, *Biochem. Biophys. Res. Coomun.* 36: 134 -138.

- O'Shea, A. M, R. Devery, F. Lawless, K. Koegh and T. Stanton, 2000, Enrichment of The Conjugated Linoleic Acid Conten in Bovine Milk by Dry Fractination. *Int. Dairy J.* 10: 289 – 294.
- Ozgul .Y. S; 2005, Determination of Conjugated Linoleic Acid Conten of Selected Oil Seeds Grown in Turkey, *JAACS* 82 : 893 – 898.
- Parodi. P.W,1997, Conjugated Linoleic Acid of Milk Fat, *J. Dairy Sci.* 60: 1550 – 1553.
- Petridou, M, A. Mougios and V. Sagredos, 2003, Suplmentation With CLA: Isomer Incorporation Into Serum Lipids And Effect on Body Fat Women, *Lipids* 38: 805 – 811.
- Priest .W.G and J. D. Von Mikusch,1997, Composition and Analysis of Dehydrated Castor Oil, *Woburn Degreasing Company of New Jessey New York.*
- Rainnio .A, M. Vahvaselka, T. Suomalainen and S. Laakso, 2001, Reduction of Linoleic Acid Inhibition in Production of Conjugated Linoleic Acid by Propionabacterium *Freudenreichii* spp *Shermanii*, *Can. J. Microbiol.* 47: 735 – 740.
- Shen. C. L, J. H. Henry, Y. Li and B. A. Watkins, 2004, Decreased Production of Inflamantori Mediators in Human Osteoarthritic by Conjugated Linoleic Acid, *Lipids* 39:161 – 166.
- Sinclair L. A; A. L. Lock; R. Early; D.E. Bauman; 2006; Effect of trans 10 – cis 12 Conjugated Linoleid Acid on Ovne Milk Fat Synthesis and Chesee Properties, *J. Dairy Sci.* 90: 3326 – 3336.
- Villeneuve .P, R. Lago, N. Barouh and B. Barea, 2005, Production of Conjugated Linoleic Acid Isomers by Dehydration and Isomerization of Castor Bean Oil, *JAACS* 82 : 61 – 270.

