

IDENTIFIKASI KOMPOSISI ASAM LEMAK DARI MINYAK BENIH

TURI (Sesbania grandiflora (L) Pers)

Ismiyarto, Siti Anisah Halim dan Pratama Jujur Wibawa

Organic Chemistry Laboratory, Department of Chemistry, Mathematic and Natural Science Faculty of Diponegoro University, Semarang.

ABSTRAK

Penelitian untuk mengetahui komposisi asam lemak pada minyak benih Turi (Sesbania grandiflora (L) Pers) telah dilaksanakan. Pada langkah pertama adalah untuk menggunakannya sebagai zat standar biodiesel. Bubuk kering dari benih Turi diekstraksi secara berkelanjutan dengan soxhlet selama 7 jam pada suhu 60-70°C dengan pelarut n-heksana. Rendemen produk minyak benih Turi adalah 9,79% w/w dari berat benih Turi. Asam lemak trigliserida dianalisis dengan GC-MS yang dioperasikan pada 150-290°C dengan kenaikan suhu 10°C/5 menit, fasa mobil adalah gas helium yang dijalankan pada 10 Kpa, keperluan Fasa stasioner adalah CP-SIL 5 CB panjangnya 25 m dan detektor pada GC-MS adalah FID. Berdasarkan pada puncak GC-MS yang dicocokkan dengan masing-masing database fragmentasi puncak dapat disimpulkan bahwa asam lemak dari trigliserida adalah asam palmitik (14,25%), asam linoleat (39,13%), asam elaidat (39,13%), asam stearat (13,97%) dan asam aracidat (39,13%) dengan berat molekular trigliserida pada minyak benih Turi adalah 872,769 g/mol dan berwujud cairan pada suhu-kamar dan berwarna hitam-kuning.

Kata kunci: identifikasi, asam lemak, minyak benih Turi, Sesbania grandiflora (L) Pers.

IDENTIFICATION OF FATTY ACID COMPOSITION IN TURI SEED

OIL (Sesbania grandiflora (L) Pers)

ABSTRACT

The research to identify the fatty acids composition in Turi seed oil (Sesbania grandiflora (L) Pers) has been done. On the first step to make use it as standard substance of biodiesel. The dry powder of Turi seeds was continually extracted by the soxhlet set for about 7 hours on 60-70°C with n-hexane solvent. The rendement product of Turi seed oil was 9.79% w/w from weight of Turi seed. The fatty Acid of triglycerides was analyzed with GC-MS that operated on 150-290°C with increasing temperature 10°C/5 minutes, mobile phase was helium gas that run on 10 Kpa, Stationary phase was CP-SiL 5 CB 25 m in length and detector that used in GC-MS was FID. Based on the GC-MS peaks fitted with each peak fragmentation data base could be concluded that the fatty acid of the triglycerides were palmitic acid (14.25%), linoleic acid (39.13%), elaidic acid (39.13%), stearic acid (13.97%) and arachidic acid (39.13%) with the molecular weight of triglycerides in Turi seed oil was 872.769 w/mol and showed as liquid on the room temperature and black to yellow color.

Keyword : Identification, fatty acid, Turi seed oil, Sesbania grandiflora (L) Pers.

PENDAHULUAN

Tanaman turi (*Sesbania grandiflora* (L) Pers), merupakan salah satu jenis tanaman yang keberadaannya melimpah di Indonesia. Minyak bijinya mengandung sekitar 12,3% asam palmitat; 5,2% asam stearat; 26,2% asam oleat dan 5,3% asam linoleat (Duke, 1983). Biji turi

dengan kandungan minyak nabati serta komposisi asam lemak yang khas merupakan bahan alam yang cukup potensial untuk diolah lebih lanjut menjadi bahan kimia yang lebih bermanfaat yaitu alkil ester. Alkil ester diketahui merupakan bahan kimia yang cukup penting untuk sintesis alkohol asam lemak, biodiesel,

alkanolamida maupun poliester karbohidrat (Schuchardt et.al., 1998).

Upaya isolasi dan identifikasi asam lemak minyak dari biji turi ini merupakan satu langkah untuk melakukan sintesis alkohol asam lemak, biodiesel, alkanolamida maupun poliester karbohidrat sehingga menghasilkan produk yang lebih berkualitas. Hal ini berkaitan bahwa minyak dari sumber nabati yang berbeda mempunyai sifat fisika maupun kimia yang berbeda, misalnya indeks bias, berat jenis maupun komposisi asam lemaknya.

Isolasi minyak biji Turi ini dilakukan dengan ekstraksi berkesinambungan menggunakan soklet dengan pelarut n-heksana, karena sokletasi merupakan metode ekstraksi menggunakan pelarut yang selalu baru dengan alat khusus sehingga terjadi ekstraksi secara kontinu dengan jumlah pelarut yang relatif konstan.

Minyak kasar dari biji turi yang diperoleh dari hasil soklet masih mempunyai bilangan asam yang relatif masih tinggi, sehingga harus diturunkan bilangan asamnya (FFA: *free fatty acid*) hingga kurang dari 1 (Ma and Hanna, 1998) menggunakan metode ekstraksi pelarut dengan etanol 96%. Sebagai salah satu syarat untuk sintesis senyawa lain yang lebih bermanfaat minyak yang akan digunakan harus berkualitas. Dalam hal ini bilangan asamnya harus rendah sehingga kemungkinan terjadinya reaksi samping dapat diperkecil.

Pada penelitian sebelumnya untuk menurunkan bilangan asamnya telah digunakan NaOH, namun trigliseridanya ikut tersabunkan sehingga sulit dilakukan pemisahan antara fase trigliserida

dengan fase asam lemak bebas. Berdasarkan kesulitan tersebut kemudian digunakan pelarut etanol 96% (Prasetya, 2004). Metode ini berdasarkan kelarutan trigliserida sangat rendah dalam etanol, sedangkan kelarutan asam lemak bebas cukup baik dalam etanol maka metode ekstraksi pelarut digunakan untuk menurunkan bilangan asam dengan pertimbangan dapat menghindari kehilangan trigliserida.

Minyak biji turi dengan bilangan asam yang rendah ditentukan komposisi asam lemak penyusun trigliseridanya dengan GC-MS berdasarkan kromatogram dan spektranya. Penentuan asam lemak penyusun trigliserida minyak biji turi ini selanjutnya dapat digunakan untuk menentukan berat molekul minyak biji turi. Salah satu syarat suatu senyawa dapat dianalisis dengan GC-MS adalah senyawa tersebut harus bersifat mudah menguap (volatil), sehingga dalam hal ini minyak diubah terlebih dahulu menjadi bentuk metil esternya melalui reaksi transesterifikasi menggunakan katalis asam BF_3 .

BAHAN DAN METODE

Penelitian ini menggunakan beberapa tahap yaitu penapisan fitokimia, isolasi, pengurangan FFA dan analisis minyak biji Turi. Bahan yang digunakan adalah minyak yang diekstraksi sendiri dari biji Turi sebagai bahan dasar sintesis metil ester. Pelarut n-heksana untuk mengekstraksi minyak, etanol pa untuk pemisahan FFA, fenolftalein (PP) untuk indikator dalam titrasi penentuan bilangan asam dan Na_2SO_4 anhidrat sebagai bahan pengering.

Minyak diisolasi dengan metode ekstraksi soklet menggunakan pelarut n-heksana. Kemudian

minyak yang diperoleh dipisahkan dari asam-asam lemak bebasnya menggunakan metode ekstraksi cair dengan etanol 96%. Analisis komponen penyusun trigliserida minyak biji Turi dilakukan dengan metode GC-MS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian dalam identifikasi komposisi asam lemak penyusun minyak biji Turi (*Sesbania grandiflora* (L) Pers) ini meliputi beberapa tahap yaitu penapisan fitokimia, isolasi minyak dan pengurangan kandungan asam lemak bebas.

Penapisan fitokimia dilakukan untuk mengetahui kandungan golongan senyawa kimia dalam minyak biji turi dan juga yang terdapat dalam fasa minyak. Hal ini berkaitan dengan metode isolasi minyak yang akan digunakan, sehingga diharapkan pada minyak yang disolasi tidak terdapat komponen lain. Selanjutnya dengan tidak adanya komponen lain, maka proses analisis akan lebih mudah dan seandainya minyak tersebut digunakan sebagai bahan awal untuk sintesis senyawa lain yang lebih berguna kemungkinan terbentuk produk samping menjadi lebih tertutup. Hasil analisis penapisan fitokimia terhadap biji turi disajikan dalam tabel 1.

Tabel 1. Hasil penapisan fitokimia biji Turi

| Golongan | Hasil |
|-----------|-------|
| Alkaloid | + |
| Flavonoid | + |
| Tanin | - |
| Steroid | + |
| Saponin | - |
| Kuinon | + |

Sedangkan dalam fasa minyak yang diisolasi mengandung senyawa steroid. Hal ini karena senyawa alkaloid, flavonoid dan kuinon telah

terpisah dan terdapat dalam ampas pada saat ekstraksi soklet, karena sifat dari alkaloid, flavonoid dan kuinon relatif polar sehingga tidak larut dalam n-heksana. Adanya steroid dalam minyak biji Turi ini ditunjukkan dengan terbentuknya warna biru dengan penambahan reagen anhidrida asetat dan asam sulfat pekat.

Minyak yang diperoleh dari isolasi berwujud cair pada suhu kamar, berwarna kuning kehitaman dengan bilangan asam 8,47 dan berat jenis 0,928 g/ml. Untuk setiap 100 gram serbuk biji Turi dapat dihasilkan minyak rata-rata sebanyak 9,79% w/w dan volume rata-rata 11,86 ml. Minyak ini masih merupakan campuran antara asam lemak bebas dengan trigliserida.

Di dalam reaksi transesterifikasi adanya kadar FFA yang tinggi sangat mempengaruhi hasil reaksi, karena asam lemak dapat mudah mengalami reaksi oksidasi spontan oleh adanya oksigen yang menyebabkan kerusakan trigliserida (Li, 2002), Sehingga pemisahan antara trigliserida dengan FFA harus dilakukan.

Penurunan bilangan asam ini dilakukan dengan metode ekstraksi pelarut menggunakan etanol 96%, karena kelarutan asam lemak bebas cukup baik. Asam lemak yang pada mulanya berada di dalam fasa minyak bersama dengan trigliserida akan terdistribusi ke fasa etanol, karena asam lemak mempunyai gugus karboksilat yang bersifat polar. Sehingga berdasarkan perbedaan kelarutan ini maka antara trigliserida dengan asam lemak bebas dalam etanol dapat dipisahkan. Proses pemisahan fasa etanol dengan fasa minyak dapat dilakukan dengan metode ekstraksi pelarut. Minyak diperoleh dengan bilangan asam sebesar 0,99 dengan berat jenis 0,965 g/ml yang masih tetap berwujud cair

pada suhu kamar dan berwarna kuning kehitaman.

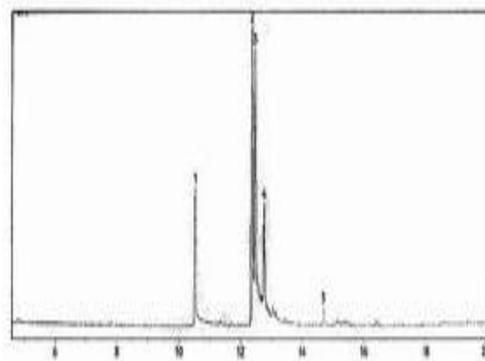
1. Analisis minyak biji Turi

Analisis senyawa yang terdapat dalam minyak biji Turi dengan kadar FFA 0,99 ditentukan dengan metode GC-MS. Karena metode GC-MS merupakan salah satu metode yang efektif untuk penentuan struktur senyawa, karena memerlukan waktu analisis yang cepat, daya pisah baik, dapat melakukan analisis kualitatif maupun kuantitatif, kepekatan tinggi dan sederhana.

Salah satu syarat untuk suatu senyawa supaya dapat dianalisis menggunakan GC-MS adalah senyawa tersebut bersifat mudah menguap (volatil). Suatu asam lemak rantai panjang mempunyai titik didih yang tinggi karena mempunyai gugus karboksilat yang menyebabkan terjadinya ikatan hidrogen, selain itu juga semakin bertambahnya rantai hidrokarbon maka titik didihnya meningkat (Fessenden dan Fessenden, 1999).

Supaya titik didih senyawa yang akan dianalisis menjadi rendah maka dilakukan transformasi terhadap gugus karboksilat menjadi gugus ester dengan katalis Boron Trifluorida (BF₃) menggunakan metanol menghasilkan senyawa metil ester asam lemak yang dapat dianalisis dengan GC-MS (Shanta dan Napotilano, 1992).

Alat GC-MS dioperasikan pada 150-290°C dengan kenaikan temperatur 10°C/5 menit, gas pembawa helium bertekanan 10 Kpa, fase diam CP-Sil 5 CB dengan panjang 25 m dan menggunakan detektor FID bersuhu 300°C.



Gambar 1. Kromatogram minyak biji Turi

Dari spektra GC-MS tersebut dapat terlihat adanya 5 puncak dengan waktu retensi, kelimpahan, dan luas puncak yang berbeda, sehingga terdapat 5 senyawa metil ester yang berbeda. Data yang lebih lengkap mengenai data-data tersebut ditampilkan pada tabel 2.

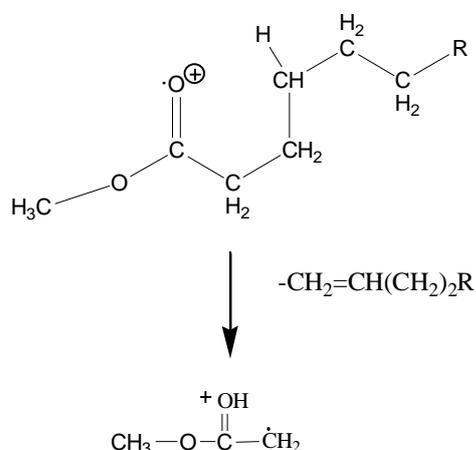
Tabel 2. Analisis asam lemak trigliserida minyak biji Turi dengan GC-MS

| Peak | t _R | A (%) | M ⁺ | ME |
|------|----------------|-------|----------------|-----------|
| 1 | 10,529 | 14,25 | 270 | Palmitat |
| 2 | 12,388 | 39,13 | 294 | Linoleat |
| 3 | 12,485 | 31,09 | 296 | Oleat |
| 4 | 12,778 | 13,97 | 298 | Stearat |
| 5 | 14,705 | 1,55 | 326 | Arakhidar |

Keterangan: t_R: Waktu retensi, M⁺: Masa molekul (g/mol), A: Luas puncak, ME: Metil ester asam lemak.

Analisis data MS dari masing-masing puncak dari tiap senyawa tersebut dapat dilakukan dengan mengamati harga M⁺ serta dari pola fragmentasi berdasarkan harga m/e. Puncak khas dari suatu metil ester rantai panjang tak bercabang adalah pada m/e : 74 akibat penataan ulang Mc Laferty yang menghasilkan kation [H₃CCOOCH₃]⁺, pola pemecahan khas metil ester yang lain adalah M-32 terjadi akibat pelepasan molekul CH₃OH, pola pecahan m/e sebesar 28, 42 dan 56 memberikan informasi kemungkinan pelepasan alkena, M-31 adalah

CH₃O. serta terdapat pemecahan ber Kandungan oksigen M-59 yaitu H₂C-O-CH=O (Silverstein, dkk., 1981).



Gambar 2. Penyusunan ulang Mc Laferty

Berdasarkan tabel 2 maka senyawa penyusun trigliserida minyak biji Turi dari pola kromatogram GC-MS diketahui yaitu asam palmitat (16:0) 14,25%; asam linoleat (18:2) 39,13%; asam elaidat (18:1) 31,09%; asam stearat (18:0) 13,97% dan asam arakhidat (20:0) 1,55% serta berat molekul tri-gliserida minyak biji Turi kasar adalah 872,769 g/mol yang berwujud cair pada suhu kamar dan berwarna kuning kehitaman.

Dengan demikian kandungan asam lemak utama penyusun trigliserida adalah asam lemak jenuh (asam palmitat, asam stearat dan asam arakhidat) sebesar 70,22% dan asam lemak tak jenuh (asam linoleat dan asam elaidat) sebesar 29,77%. Karena jumlah dari asam lemak jenuh lebih besar maka minyak biji Turi berwujud cair pada temperatur kamar. Hal ini karena asam lemak jenuh strukturnya rapat dan mampat sedangkan asam lemak tak jenuh berkonfigurasi *cis*, sehingga tidak bisa rapi dan mampat, sehingga mengakibatkan minyak biji Turi cenderung

berfasa cair pada suhu kamar (Fessenden dan Fessenden, 1999)

KESIMPULAN

Berdasarkan kromatogram dan spektra GC-MS dapat diketahui asam lemak penyusun trigliserida biji Turi yaitu asam palmitat (16:0) 14,25%; asam linoleat (18:2) 39,13%; asam elaidat (18:1) 31,09%; asam stearat (18:0) 13,97% dan asam arakhidat (20:0) 1,55% serta berat molekul trigliserida minyak biji Turi kasar adalah 872,769 g/mol yang berwujud cair pada suhu kamar dan berwarna kuning kehitaman.

DAFTAR PUSTAKA

- Duke, J.A., 1983, "*Sesbania grandiflora* (L) Pers", Handbook of Energy Crops.
- Fessenden, R. J. and Fessenden, J. S., 1999, "*Kimia Organik*", a.b.: Pudjaatmaka, A. H., Jilid 2, Edisi ketiga, Erlangga, Jakarta., 409-410.
- Li, H., 2002, "*Ultrasound and Microwave Assisted Extraction of Soibean Oil*", Presented for the Master of Science Degree, University of Tennessee, Knoxville., 1-7.
- Ma, F.L.D., and Hanna, M.A., 1998, "*The Effect of Catalust, Free Fatty Acid and Water on Transesterification of Beef Tallow*", J. Am. Soc. of Agricultural Engineer., 1261-1264.
- Prasetya, N.B.A., 2004, "*Optimasi Rasio Berat NaOH terhadap Minyak Biji Karet (Hevea brasiliensis) dalam Proses Pembentukan Produk Transesterifikasi Menggunakan Metanol*", Jurusan Kimia, F. MIPA, UNDIP, Semarang., 14-20.
- Shanta, N., and Napotilano, G. E., 1992. "*Review: Gas Chromatography of Fatty Acid*". J. Chromatography., 37-51.
- Silverstein, R.M., Bassler, G. C., and Morrill, T. C., 1981, "*Penyidikan Spektrometrik Senyawa Organik*", a.b.: Hartomo, A. J.: Purba, A. V., Edisi keempat, Erlangga, Jakarta.,28-30.