

ISBN : 978-602-0951-00-3

PROSIDING

SEMINAR NASIONAL KIMIA 2014

*Peningkatan sumber daya manusia dan sumber daya alam
dalam Pendidikan Kimia dan Kimia untuk Kemandirian Bangsa*

Sabtu 20 September 2014
di Ruang Sidang FMIPA UNESA



UNIVERSITAS NEGERI SURABAYA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
JURUSAN KIMIA

PROSIDING



SEMINAR NASIONAL KIMIA 2014

*Peningkatan Sumber Daya Manusia dan Sumber Daya Alam
dalam Pendidikan Kimia dan Kimia untuk Kemandirian Bangsa*

Sabtu 20 September 2014
di Ruang Sidang FMIPA UNESA

PENERBIT :



**FAKULTAS MIPA
UNIVERSITAS NEGERI SURABAYA**

Penulis :

Pemakalah pada Seminar Nasional Kimia 2014

Tim Reviewer :

Prof. Dr. Suyatno, M.Si.
Dr. Prima Retno Wikandari, M.Si.
Prof. Dr. Suyono, M.Pd.
Drs. Achmad Lutfi, M.Pd.

Tim Editor :

Dr. Pirim Setiarso, M.S.
Rusmini, S.Pd., M.Pd.
Bertha Yonata, S.Pd., M.Pd.

Designer / Lay-Outer :

Drs. Sukarmin, M.Pd.

Diterbitkan oleh :

FAKULTAS MIPA - UNIVERSITAS NEGERI SURABAYA

Gedung D-1 UNESA Kampus Ketintang

Jln. Ketintang Surabaya - 60231

Telp. 031-8280009

[Email : fakultasmipa.unesa@gmail.com](mailto:fakultasmipa.unesa@gmail.com)

Cetakan Pertama - September 2014



Hak cipta dilindungi oleh Undang-undang

*Dilarang memperbanyak karya tulis ini dalam bentuk dan cara
apapun tanpa ijin tertulis dari penerbit*

DAFTAR ISI PROSIDING

MAKALAH UTAMA

UPAYA MENUMBUHKAN INOVASI MELALUI PENDIDIKAN KIMIA UNTUK MENINGKATKAN KEMANDIRIAN BANGSA Buchari	A - 1
PERANAN ILMU KIMIA DALAM PENINGKATAN SUMBER DAYA ALAM BATANGTORU Iwan Syahroni	A - 7
MENGHANTARKAN INSAN INDONESIA MENJADI SUMBER DAYA MANUSIA YANG MANDIRI MELALUI PEMBELAJARAN KIMIA Sri Poedjiastoeti	A - 13

MAKALAH KIMIA

MODIFIKASI ELEKTRODA PASTA KARBON MENGGUNAKAN KITOSAN UNTUK ANALISIS ION Cd^{2+} SECARA <i>CYCLIC STRIPPING VOLTAMMETRY</i> Achmad Sulfani dan Pirim Setiarso	B - 1
ISOLASI STEROIDDARI FRAKSI N-HEKSANA BATANG BAJAKAH TAMPALA (<i>Spatholobus littoralis</i> Hassk.) Maria Dewi Astuti ¹ , Abdi Maulana ² , Evi Mintorini Kuntowati ³	B - 9
PEMBUATAN ELEKTRODA PASTA KARBON TERMODIFIKASI KITOSAN UNTUK ANALISIS Cr(VI) SECARA <i>CYCLIC STRIPPING VOLTAMMETRY</i> Eko Yulianto dan Pirim Setiarso	B - 14
ANALISIS KADAR LOGAM TEMBAGA(II) DI AIR LAUT KENJERAN Siti Nurul Islamiyah, Toeti Koestiari	B - 27
PEMBUATAN ELEKTRODA PASTA KARBON TERMODIFIKASI BENTONIT UNTUK ANALISIS ION LOGAM TEMBAGA(II) SECARA <i>CYCLIC VOLTAMMETRY STRIPPING</i> M. Rochman Wachid, Pirim Setiarso	B - 32
PENGARUH PH DAN TEMPERATUR PADA PEMBENTUKAN BIOSURFAKTAN OLEH BAKTERI <i>Pseudomonas aeruginosa</i> Refdinal N, Endah M.M.P, Meita A.B	B - 41
IDENTIFIKASI PROTEIN SPESIFIK BIOFILM CANDIDA ALBICANS SEBAGAI TARGET PENENTUAN PROTEIN SPESIFIK ANTIGENIK Mirwa Adiprahara Anggarani, Afaf Baktir, Sri Puji Astuti Wahyuningsih	B - 49
PEMBUATAN BIOSORBEN BERBAHAN DASAR SAMPAH KULIT PISANG KEPOK (<i>MUSA ACUMINATE</i>) YANG DIKEMAS SEPERTI TEH CELUP Tiara Puspa Buanarinda, Nur Rahmawati, Iqbal Ainun, Arysta, Rusly Hidayah	B - 61
KAJIAN ADSORPSI $Fe(III)$ PADA KOMPOSIT ARANG KAYU APU (<i>PistiastratiotesL.</i>)-	B - 64

KITOSAN-GLUTARALDEHIDA Umi Baroroh LiliUtami, RadnaNurmasari, Muslimah Murliana	
AKTIVITAS BAKTERI KITINOLITIK YANG DIISOLASI DARI TAMBAK UDANG DI SITUBONDO Yusak Yulianus Prabowo, Nuniek Herdyastuti	B - 75
ANALISIS KELAYAKAN LINGKUNGAN DAN EKONOMI INSTALASI PENGOLAHAN AIR LIMBAH BIOGAS PADA INDUSTRI TAHU Ade Triyasa	B – 80
EFEK PENAMBAHAN PEG 400 PADA PLASTIK PHA YANG DIPRODUKSI DARI <i>Ralstonia pickettii</i> Asranudin, Surya Rosa Putra	B – 90
AKTIVASI TANAH LIAT DARI TANAK AWU SECARA ASAM DAN PENGGUNAANNYA SEBAGAI ADSORBEN UNTUK PEMURNIAN MINYAK GORENG BEKAS Baiq Asma Nufida, Nova Kurnia dan Yeti Kurniasih	B – 103
PREPARASI, MODIFIKASI DAN KARAKTERISASI KATALIS Ni/ZSiA (<i>PREPARATION, MODIFICATION AND CHARACTERIZATION CATALYST Ni/ZSiA</i>) D. Setyawan Purwo Handoko	B – 111
KAJIAN PENGARUH JENIS CROSSLINKER DAN PH TERHADAP <i>SWELLING RATIO</i> KITOSAN MAKROPORI Dahlana Ariyani, Uripto Trisno Santoso, Radna Nurmasari, Iriansyah, Utami Irawati	B – 126
KARAKTERISASI PORFIRIN TERKONJUGASI LOGAM GOLONGAN IIA SEBAGAI BAHAN BAKU FOTODETEKTOR I Gusti Made Sanjaya, Gawang Pamungkas, dan Dian Novita	B – 137
PEMANFAATAN SENYAWA XANTON KULIT BUAH MANGGIS SEBAGAI BIOLARVASIDA UNTUK MEMBERANTAS LARVA NYAMUK DEMAM BERDARAH (<i>Aedes aegypti</i>) Diyah Kiranawati , Riza Rofida Mukharromah, Fani Putri Amelia, Ananda Brian Karisma, dan Muhammad Iqbal Fitrah Hidayat	B – 141
SINTESIS ASAM-ASAM LEMAK AMIDA DARI EKSTRAK MINYAK INTI BUAH NYAMPLUNG (<i>Calophyllum Inophyllum</i>) MELALUI REAKSI ENZIMATIK Erin Ryantin Gunawan, Dedy Suhendra, Dina Asnawati, I Made Sudarma, Isma Zulpiani	B – 147
PENURUNAN KADAR KROMIUM DARI LIMBAH CAIR INDUSTRI PENYAMAKAN KULIT DENGAN METODE ELEKTROKOAGULASI Harmami, Ita Ulfin, Rike Setyowuryani	B – 159
PENGOLAHAN AIR PAYAU BERBASIS KIMIAWI MELALUI TEKNO MEMBRAN <i>REVERSE OSMOSIS (RO)</i> TERPADUKAN DENGAN KOAGULAN DAN PENUKAR ION Indah nurhayati Setyo Purwoto	B – 169
PEMISAHAN KROMIUM DARI LIMBAH CAIR INDUSTRI PENYAMAKAN KULIT DENGAN KOAGULAN FeSO ₄ Ita Ulfin , Harmami dan Elissa Rahmawati	B – 178

STUDI PENURUNAN COD DAN TSS LIMBAH CAIR INDUSTRI TAHU MENGGUNAKAN PROSES ELEKTROKIMIA Mohammad Istnaeny Hudha, Jimmy, Muyassaroh	B – 185
BAKTERI KITINOLITIK YANG DIISOLASI DARI TAMBAK UDANG LAMONGAN JAWA TIMUR Nuniek Herdyastuti	B – 192
KAJIAN ADSORPSI RHODAMIN B PADA HUMIN Radna Nurmasari, Maria Dewi Astuti, Dewi Umaningrum, Dita Amilia Khusnaria	B – 203
PROSPEK BUAH APEL AFKIR DI DAERAH TUMPANG KABUPATEN MALANG SEBAGAI SUMBER ENERGI ALTERNATIF TERBARUKAN Rini Kartika Dewi, Evy Hendriaranti, Boediyanto	B – 211
PENINGKATAN KUALITAS SUMBER DAYA AIR MELALUI PENGOLAHAN BERBASIS ION EXCHANGE TERPADUKAN DENGAN MEMBRAN PERMIABEL PADA MEDAN ELECTRODEIONIZATION (EDI) Sugito , Budi Prijo Sembodo.	B – 219
SKRINING FITOKIMIA PADA BEBERAPA EKSTRAK DARI TUMBUHAN BUGENVIL (<i>Bougainvillea glabra</i>), BUNGA SEPATU (<i>Hibiscus rosa-sinensis</i> L.), DAN DAUN UNGU (<i>Graptophyllum pictum</i> Griff.) Tukiran, Suyatno, dan Nurul Hidayati	B – 235
IMMOBILISASI CHELATING AGENT FATTY HYDROXAMIC ACIDS KE DALAM BENTONITE Dedy Suhendra, Erin Ryantin Gunawan, Murniati, Amal	B – 245
ANALISIS AWAL FITOKIMIA PADA TANAMAN MENIRAN (<i>Phyllanthus niruri</i> L) <i>Eli Masruroh, Tukiran, Suyatno, dan Nurul Hidayati</i>	B – 252
EKSPLORASI TUMBUHAN OBAT DI DESA LEBANI WARAS KECAMATAN WRINGINANOM KABUPATEN GRESIK Errika Ayu Prahasti, Tukiran, Suyatno, dan Nurul Hidayati	B - 259
MODIFIKASI ELEKTRODA BIOSENSOR –ENZIM LIPASE TERMOSTABIL DENGAN SILIKON BERPORI UNTUK PENENTUAN DIGLISERIDA PADA SERUM DARAH I Nyoman Tika, I.Gusti Ayu Tri Agustiana, dan I.D.Raka Rasana	B – 270
UJI SKRINING FITOKIMIA PADA EKSTRAK HEKSAN, KLOOROFORM DAN METANOL DARI TANAMAN PATIKAN KEBO(<i>Euphorbiae hirtae</i>) Minhatun Nafisah, Tukiran, Suyatno, dan Nurul Hidayati	B – 279
POTENSI BEKASAM YANG DIFERMENTASI DENGAN <i>Lactobacillus plantarum</i> B1765 DALAM MENURUNKAN TEKANAN DARAH TIKUS HIPERTENSI. Prima Retno Wikandari, Lenny Yuanita	B - 287
SINTESA BIODIESEL DARI MINYAK BIJI PEPAYA DENGAN REAKSI TRANSESTERIFIKASI IN SITU MENGGUNAKAN CO-SOLVENT THF (<i>Tetrahydrofuran</i>) Elvianto Dwi Daryono, M. Istnaeny Hudha, Muyassaroh	B - 292

BIOKIMIA

Munzil, Muntholib, Novida Pratiwi

PENGEMBANGAN PETA KONSEP PADA MATA KULIAH KIMIA PADATAN C - 199
Toeti Koestiari

**PENILAIAN PERMAINAN BERSARANA KOMPUTER SEBAGAI
MEDIA PEMBELAJARAN ILMU PENGETAHUAN ALAM** C - 207
Achmad Lutfi, Suyono, Mohamad Nur

**PENGEMBANGAN MEDIA PEMBELAJARAN *E-LEARNING* BERBASIS *BLOG*
PADA MATERI ALKANA, ALKENA, DAN ALKUNA** C - 217
Dian Wulan Dadari dan Dian Novita

MAKALAH POSTER

**ANALISIS KANDUNGAN ASAM LEMAK OMEGA-3 DAN 6 PADA BAGIAN
KEPALA DAN BADAN IKAN LELE (*CLARIAS* Sp) MELALUI REAKSI
ENZIMATIS** D - 1
Erin Ryantin Gunawan, Dedy Suhendra, Sri Seno Handayani, Lely Kurniawati, Murniati,
Nurhidayanti

SINTESIS ASAM-ASAM LEMAK AMIDA DARI EKSTRAK MINYAK INTI BUAH NYAMPLUNG (*Calophyllum Inophyllum*) MELALUI REAKSI ENZIMATIK

Erin Ryantin Gunawan, Dedy Suhendra, Dina Asnawati, I Made Sudarma, Isma Zulpiani
Program Studi Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Mataram
Jln. Majapahit No. 62 Mataram 83125

Corresponding author, email: erinryantin@unram. ac. id

Abstrak. Asam-asam lemak amida dapat digunakan sebagai sebagai bahan baku obat di bidang farmasi, pelindung air dan pelumas pada industry kertas dan tekstil dan surfaktan pada industry detergen. Sintesis asam-asam lemak amida dapat menggunakan minyak nabati seperti minyak kelapa atau sawit sebagai bahan baku utama. Akan tetapi kedua jenis minyak tersebut merupakan edible oil yang pemanfaatan terbesarnya adalah sebagai minyak goreng. Dengan demikian perlu dicari bahan baku alternatif dalam memproduksi asam-asam lemak amida. Salah satu tanaman yang dapat menghasilkan minyak nabati dan banyak terdapat di sekitar kita yaitu tanaman nyamplung. Tanaman nyamplung selain tidak berdaya saing dengan kebutuhan pangan juga memiliki rendemen minyak yang cukup tinggi dalam inti buahnya yaitu sekitar 50-70%. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui apakah ekstrak minyak inti buah nyamplung dapat dijadikan sebagai bahan baku sintesis asam-asam lemak amida serta mengetahui karakteristik asam-asam lemak amida yang terbentuk. Tahapan penelitian yang telah dilakukan yaitu preparasi sampel inti buah nyamplung, ekstraksi minyak/trigliserida, pemurnian dan sintesis asam-asam lemak amida. Asam-asam lemak amida disintesis dengan mereaksikan ekstrak minyak inti buah nyamplung dengan urea melalui reaksi enzimatik menggunakan enzim Lipase yang terimmobil (Lipozim) kemudian diinkubasi dalam shaker water bath selama 36 jam dengan suhu 40°C. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan FTIR dan GC-MS. Asam-asam lemak amida memberikan serapan yang khas pada bilangan gelombang sekitar 3422,36 cm^{-1} yang merupakan serapan dari gugus NH_2 primer dari asam lemak amida. Jenis asam lemak amida yang terbentuk dari hasil reaksi berdasarkan analisis GC-MS adalah palmitamida dan oleamida dengan waktu retensi 12,719 dan 13,259 menit dan persen area masing-masing adalah 1,63 dan 3,05%.

Kata Kunci: Inti buah nyamplung, asam-asam lemak amida, enzimatik

PENDAHULUAN

Oleokimia adalah bahan kimia yang berasal dari minyak/lemak pada tumbuhan atau hewan seperti asam lemak, ester asam lemak, lemak alkohol, gliserin dan lain-lain. Produk oleokimia, akhir-akhir ini sangat diperlukan oleh industri-industri besar untuk menghasilkan bahan-bahan keperluan sehari-hari sehingga permintaan akan produk ini semakin meningkat.

Salah satu produk oleokimia yang terpenting yaitu alkilamida atau asam lemak amida yang mempunyai peranan penting dalam upaya pemenuhan kebutuhan pokok masyarakat luas. Senyawa-senyawa alkilamid dalam bidang farmasi dan kedokteran digunakan baik sebagai obat maupun pencegah penyakit flu dan infeksi saluran pernapasan [1](Woelkart dan Bauer, 2007) dan anti mikrobial [2] (Łowicki, et al. 2011) . Selain itu dalam bidang industri, senyawa-senyawa amida lemak rantai panjang dari alkilamida banyak digunakan sebagai surfaktan, pelumas atau *lubricant*, kosmetika, detergen, sampo, dan *anti-blocking agent* pada proses industri plastik [3](Khare, et al. 2009)

Saat ini produksi asam lemak amida sebagian besar menggunakan minyak nabati seperti minyak kelapa atau sawit sebagai bahan baku utama. Asam lemak amida atau Alkilamida dapat disintesis dari minyak kelapa sawit dengan menggunakan urea [4] (Emad, 2010). Akan tetapi bahan baku yang digunakan sebagai sumber asam lemak masih berasal dari minyak makan (*edible oil*) seperti minyak kelapa dan minyak kelapa sawit (PCO). Di Indonesia sendiri kaya akan sumber daya alam hayati yang masih belum bisa dimanfaatkan secara maksimal. Salah satunya adalah buah nyamplung (*Chalophyllum inphyllum*) yang dapat digunakan sebagai sumber minyak.

Tumbuhan nyamplung tumbuh dan tersesear hampir diseluruh kepulauan Indonesia. Pohon nyamplung dapat berbuah sepanjang musim dan tidak memerlukan perawatan khusus serta tahan terhadap

penyakit. Biji nyamplung mempunyai kadar minyak 71,4 % sampai 75 %. Inti biji mengandung air 3,3 % dan minyak 71,4 %, bila biji segar mengandung 55 % minyak sedangkan biji yang benar-benar kering mengandung 70,5 % minyak [5] (Heyne, 1987). Inti biji mengandung air 3,3 % dan minyak 71,4 %, bila biji segar mengandung 55 % minyak sedangkan biji yang benar-benar kering mengandung 70,5 % minyak. Minyak nyamplung memiliki komposisi asam lemak yaitu asam miristat 0,09%; asam palmitat 15,89%; asam stearat 12,3%; asam oleat 48,49%; asam linoleat 20,7%; asam linolenat 0,27% dan asam arachidat 0,94% [6](Sudrajat dkk. 2007). Dari data tersebut diatas, terlihat bahwa potensi minyak nyamplung dapat digunakan sebagai bahan baku sintesis alkilamida sangat besar, komposisi terbesarnya adalah asam lemak tidak jenuh yaitu asam oleat.

Berdasarkan latar belakang di atas maka telah dilakukan penelitian untuk mensintesis asam lemak amida/alkilamida dari minyak inti buah nyamplung dengan menggunakan urea melalui reaksi amonolisis. Amida lemak pada skala industri disintesis dengan mereaksikan asam-asam lemak (*fatty acids*) dengan ammonia anhydrous pada suhu 200°C dan tekanan 345-660 kPa [7](Kushwaha, et al. 2011). Maka pada penelitian ini akan digunakan katalis enzim Lipase yang telah diimobilisasi/Lipozim sehingga reaksi dapat dilakukan pada suhu dan tekanan rendah. Selain itu keuntungan menggunakan katalis lipozim, katalis ini mudah dipisahkan dari produk atau pelarutnya karena bentuknya yang granula atau terimobilisasi dengan cara filtrasi [8.9] (Herawan, 1999, Gunawan dan Suhendra 2008). Hasil sintesis dikarakteristik dengan FTIR dan GCMS.

METODE PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah Gelas kimia, Labu takar, Erlenmeyer, Corong gelas, Gelas ukur, Vakum,

Rotaryevaporator, Corong pisah, Soxlet, MagneticStirrer, Buret, Picknometer, Pipet tetes, pipet volume, Pemanas electric, Oven, Desikator, Kolom Kromatografi, Statif dan klem, Termometer, Batang pengaduk, spektrofotometer FT-IR dan GCMS.

Bahan

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah Inti buah nyamplung (*Calophyllum Inophyllum*), n-heksan, enzim lipase, Dietil eter, Na₂SO₄ anhidrat, NaOH 2M, Aquades, Urea, Na₂S₂O₃, KI, Hanus, Metanol, Kloroform, larutan kanji, NaCl jenuh, HCl 2 M, HCl pekat dan NaOH 0,5 M.

Persiapan Buah Nyamplung

Buah nyamplung dikupas buahnya lalu dipisahkan tempurung dan bijinya sehingga diperoleh inti buah nyamplung. Setelah itu inti buah nyamplung diiris tipis-tipis, dikeringkan di bawah sinar matahari untuk mengurangi kadar airnya dan dihaluskan dengan blender. Kemudian diukur kadar airnya.

Ekstraksi Minyak Inti Buah Nyamplung

Ekstraksi minyak dilakukan dengan metode sokletasi. Biji yang sudah halus kemudian timbang sebanyak 70 gram, kemudian dibungkus dengan kertas saring dan selanjutnya dimasukan kedalam tabung soklet dan digunakan 250 ml n-heksan sebagai pelarut dan dilakukan proses sokletasi selama 6 jam. Untuk penentuan kadar minyak nyamplung, sokletasi dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

Pemurnian Trigliserida Minyak Nyamplung

Pemurnian trigliserida minyak nyamplung dilakukan dengan cara 70 gr ekstrak minyak nyamplung diletakkan dalam kolom kromatografi yang berisi silika gel. Kemudian dielusi menggunakan eluen campuran heksana:dietil eter (87:13, V/V). Trigliserida yang telah murni di uji dengan KLT setiap

fraksi volumenya. Trigliserida yang telah dimurnikan dengan kromatografi kolom juga diuji dengan spektrofotometr FT-IR.

Sintesis Asam Lemak Amida

Sintesis alkilamida dilakukan dengan cara mereaksikan asam lemak turunan minyak nyamplung yang telah diekstraksi dengan metode sokletasi dilanjutkan dengan pemurnian trigliserida kemudian dihidrolisis dengan katalis asam hingga menghasilkan asam lemak, dimana asam lemak sebanyak 3,84 gram dilarutkan dengan 17 ml n-heksan dan ditambahkan 4,20 gram amina primer (urea). Dilakukan penyesuaian pH menjadi 7 dengan penambahan NaOH 0,5 M. Kemudian ditambahkan 0,15 gram enzim komersial (lipozyme). Campuran kemudian di inkubasi kedalam horizontal shaker water batch dengan kecepatan 150 rpm pada suhu 40°C selama 36 jam. Setelah itu dilakukan penambahan n-heksana 50°C untuk melarutkan produk. Dilakukan pemisahan fase air dan fase n-heksana. Fase n-heksana kemudian didinginkan selama 5 jam didalam mesin pendingin. Endapan yang terbentuk kemudian disaring dan dikeringkan selanjutnya diuji dengan spektrofotometer TLC, FTIR dan GCMS.

Identifikasi awal hasil reaksi

Hasil reaksi adalah campuran amida-amida dari asam-asam lemak. Untuk mengidentifikasi awal amida-amida yang terbentuk digunakan kromatografi lapis tipis (*thin layer chromatography*, TLC). Amida-amida yang terbentuk di totolkan pada lembaran TLC (*silica gel 60 plastic sheet*, Merck Jerman). Lembaran TLC selanjutnya dikembangkan ke dalam sistem pelarut n-heksana – eter (8 : 1,5, v/v). Keberadaan amida dideteksi menggunakan iodium yang akan membentuk spot berwarna coklat.

Identifikasi Produk Reaksi Dengan FTIR dan GC-MS

Identifikasi produk menggunakan FTIR untuk menentukan gugus amida pada produk. Analisis gugus fungsi hasil reaksi

menggunakan infra merah spektrofotometer (FTIR) dari Perkin Elmer Model Frontier, produksi Amerika Serikat (USA). Identifikasi dengan menggunakan GC-MS produksi Shimadzu Model GCMS-QP2010 Ultra (Jepang), kolom Rt-X 5 ms 30 m crossbond 5% diphenil/dimethyl polysiloxane 0,25 mm ID (restek).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Persiapan Buah Nyamplung

Buah yang digunakan pada penelitian ini adalah buah yang telah kering, yaitu cangkang buahnya yang berwarna hitam sehingga terbebas dari daging buah. Untuk mengetahui berat rata-rata dari buah nyamplung dan persentase inti buah dilakukan pengukuran dengan mengambil lima sampel dari buah nyamplung yang digunakan. Berdasarkan pengukuran tersebut diperoleh berat rata-rata buah nyamplung yaitu 9,414 gram dan berat rata-rata inti buah nyamplung yaitu 3,27 gram. Dari data tersebut diperoleh persentase inti buah nyamplung yaitu 30-40 % dan kadar air dari inti buah nyamplung yaitu 1,86%.

Ekstraksi Minyak Nyamplung

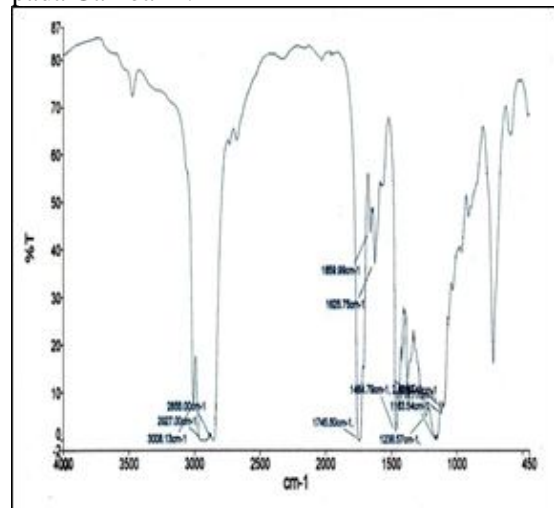
Ekstraksi minyak nyamplung dilakukan dengan metode sokletasi sehingga dapat mengoptimalkan proses ekstraksi untuk mendapatkan rendemen minyak yang lebih tinggi dan lebih bersih dari ampasnya dibandingkan dengan metode pengepresan dan maserasi.

Adapun pelarut yang digunakan untuk mengekstrak minyak nyamplung dari biji nyamplung adalah n-heksana dikarenakan sifat non-polar dari n-heksana sehingga sangat baik sebagai pelarut minyak atau trigliserida yang juga bersifat non-polar.

Dari 3 kali pengulangan proses ekstraksi minyak dengan metode sokletasi didapatkan kadar minyak rata-rata adalah 77,25 % dari berat biji kering yang telah dihaluskan.

Pemurnian Trigliserida Minyak Nyamplung

Tujuan pemurnian minyak nyamplung ini adalah untuk memisahkan trigliserida dari senyawa-senyawa pengotor yang terdapat dalam minyak. Senyawa pengotor yang memiliki gugus polar akan tertarik oleh fase diam yang bersifat polar seperti silika gelmengandung gugus silanol. Untuk mengetahui kemurnian trigliserida yang telah dipisahkan dengan kromatografi kolom, dilakukan analisis FT-IR dari trigliserida. Spektrum FTIR dari trigliserida dapat dilihat pada Gambar 1.



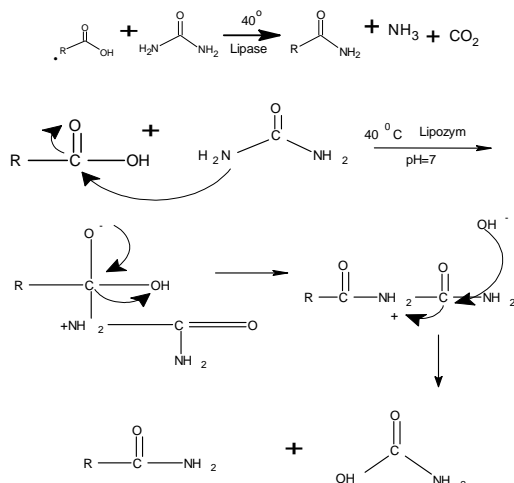
Gambar 1 Spektrum FT-IR dari Trigliserida Minyak Nyamplung

Pada Gambar 1 yang merupakan spektrum FT-IR dari trigliserida minyak nyamplung terlihat bahwa pada bilangan gelombang 1625,7-1695,99 cm^{-1} merupakan stretch yang muncul akibat adanya gugus $\text{C}=\text{C}$. Hal ini juga didukung oleh adanya serapan pada bilangan gelombang 3008,1 cm^{-1} yang menunjukkan stretch ikatan $=\text{C}-\text{H}$. Selanjutnya serapan kuat juga terjadi pada bilangan gelombang 2750-2950 cm^{-1} yang merupakan stretch dari rantai karbon jenuh. Serapan yang khas dari trigliserida juga muncul pada bilangan gelombang 1745,50 cm^{-1} yang merupakan serapan $-\text{C}=\text{O}$ ester yang juga

didukung oleh ulur C-O pada bilangan gelombang 1160-1200 cm^{-1} , sedangkan serapan pada bilangan gelombang 1300-1475 cm^{-1} merupakan -C-H bending.

Sintesis Asam Lemak Amida

Pada penelitian ini, sintesis alkilamida dilakukan dengan mereaksikan minyak inti buah nyamplung dengan urea dan menggunakan katalis enzim lipase. Reaksi pembentukan alkilamida dari asam lemak dengan urea dapat dilihat seperti di bawah ini.



Gambar 4 Reaksi Asam Lemak Amida

Pada tahap sintesis ini, kedua substrat (asam lemak dari inti buah nyamplung dan urea) dilarutkan dalam pelarut n-heksan dengan perbandingan 3,84 gram urea dan 4,20 gram asam lemak. Pemilihan n-heksan sebagai pelarut didasarkan atas pertimbangan bahwa pelarut yang memberikan hasil yang terbaik untuk sintesis asam lemak amida atau alkilamida dari minyak nabati adalah n-heksan [10](Knochel, 1999). Kemudian dilakukan pengaturan pH untuk campuran asam lemak, urea dan n-heksana dengan penambahan NaOH 0,5 M hingga mencapai pH netral karena enzim lipase dapat bekerja sebagai katalis secara optimal pada pH 7

Berdasarkan pada hasil pengamatan, setelah pengaturan pH hingga pH netral terbentuk dua lapisan dimana lapisan atas

merupakan lapisan n-heksan yang mengandung minyak dan lapisan bawah merupakan lapisan air yang mengandung urea. Pembentukan dua lapisan ini disebabkan karena n-heksan tidak bisa bercampur dengan air. Hal ini disebabkan oleh perbedaan sifat dari kedua pelarut substrat tersebut yaitu n-heksan bersifat non polar, sedangkan air bersifat polar [11](Liauw *et al.*, 2008) N-heksan terletak di lapisan atas karena n-heksan memiliki massa jenis yang lebih kecil ($\rho=0,66 \text{ gram/cm}^3$) daripada air ($\rho=0,997 \text{ gram/cm}^3$) pada suhu 298 K [12] (Tikhonov, 2010). Lipase sendiri merupakan katalis yang bersifat polar dan memiliki kelarutan yang tinggi dalam air. Namun, karena sudah berbenak *immobilized lipase*, maka lipase menjadi tidak larut dan berada di antara lapisan n-heksan dan air [13] (Oh *et al.*, 2007).

Setelah disintesis selama 36 jam dalam shaker waterbatch, campuran hasil sintesis ditambahkan n-heksana panas untuk melarutkan garam ammonium yang terbentuk dari hasil sintesis. Kemudian setelah penambahan n-heksana panas fase n-heksana dan fase air dipisahkan dimana fase n-heksan dimasukkan ke dalam *freezer* dan didinginkan ± 5 jam, tujuannya adalah untuk menurunkan kelarutan dari alkilamida sehingga alkilamida tidak larut lagi dalam n-heksan. Setelah 5 jam didalam *freezer* terbentuk pada dasar Erlenmeyer padatan yang berwarna putih yang menandakan bahwa alkilamida tidak larut lagi dalam n-heksan. Larutan tersebut kemudian difiltrasi sehingga padatan alkilamida tertinggal di kertas saring sebagai residu sedangkan n-heksan lolos sebagai filtrat. Untuk mendapatkan hasil yang lebih murni dilakukan dengan cara membilas asam lemak amida atau alkilamida yang tertinggal di kertas saring dengan n-heksan. Berdasarkan pada hasil pengamatan didapatkan alkilamida berupa padatan halus berwarna putih dengan persen konversi alkilamida 33,07%.

Identifikasi Awal Hasil Reaksi Dengan Menggunakan KLT

. Untuk identifikasi awal, asam lemak amida yang terbentuk ditotolkan pada lembaran TLC/*thin layer chromatography*).

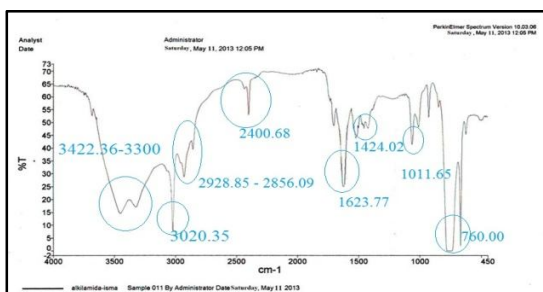
Eluen pengembang digunakan perbandingan methanol dan kloroform (9:1) ml. Keberadaan amida dideteksi menggunakan iodium yang akan membentuk spot berwarna coklat. Untuk membuktikan terbentuknya asam lemak amidadari hasil reaksi maka asam lemak amida hasil reaksi dibandingkan dengan oleamida standar dimana oleamida merupakan salah satu bagian dari lemak amida. Sebagaimana terlihat dan Gambar 7. Spot yang dihasilkan oleh asam lemak amida hasil reaksi memiliki nilai R_f yang hampir sama.



Gambar 7. Kromatogram asam lemak amida standar (R_f 0,86) dan asam lemak amida hasil sintesis (R_f 0,88)

Analisis Asam lemak Amida dengan menggunakan Spektrofotometer FTIR

Asam lemak amida atau Alkilamida yang terbentuk, juga dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR, untuk menganalisis terbentuknya gugus fungsi yang diharapkan, seperti yang terlihat pada Gambar 6.



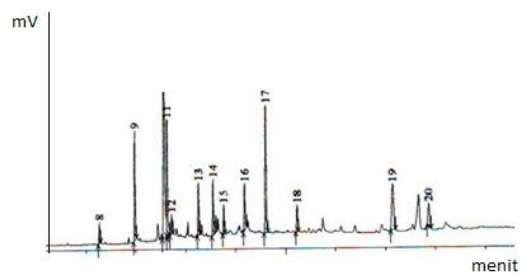
Gambar 5. Spektrum FT-IR Alkilamida

Dari spektrum FT-IR alkilamida yang dibuat dari minyak nyamplung menunjukkan bahwa asam lemak alkilamida telah terbentuk. Hal ini dibuktikan dengan adanya serapan pada bilangan gelombang sekitar $3422,36 - 3300 \text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan dari gugus NH_2 dari alkilamida, sedangkan serapan pada bilangan gelombang $3020,35 \text{ cm}^{-1}$ merupakan regang $\text{C}=\text{H}$ yang menunjukkan adanya rangkap ; $2928,85$; $2856,09 \text{ cm}^{-1}$ merupakan regang $\text{C}-\text{H}$ untuk $\text{CH}_3, \text{CH}_2, \text{CH}$, pada bilangan gelombang $2400,68 \text{ cm}^{-1}$ merupakan regang $\text{C}-\text{C}$, pada bilangan gelombang $1623,77 \text{ cm}^{-1}$ adalah pita serapan dari $-\text{C}=\text{O}$ bebas. Pita serapan dari regang gugus fungsi utama juga didukung oleh pita serapan dari lentur ikatan $-\text{C}-\text{N}-$ pada bilangan gelombang $1424,02 \text{ cm}^{-1}$, dan pada bilangan gelombang $1011,65 - 650 \text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan pada lentur CH pada $\text{C}=\text{CH}$.

Analisis Asam Lemak Amida Dengan Menggunakan GC-MS

Identifikasi menggunakan GC-MS bertujuan untuk mengetahui secara kualitatif dan kuantitatif jenis alkilamida yang didapatkan. Dimana dengan kromatografi gas, jumlah peak yang tampak dalam kromatogram menunjukkan jumlah komponen yang terdapat dalam campuran. Dari hasil kromatogram dapat disimpulkan bahwa jenis alkilamida yang terbentuk kemungkinan adalah oleamida dan palmitamida, dimana asam oleat dan palmitat adalah asam lemak yang kandungannya terbanyak pada minyak nyamplung.

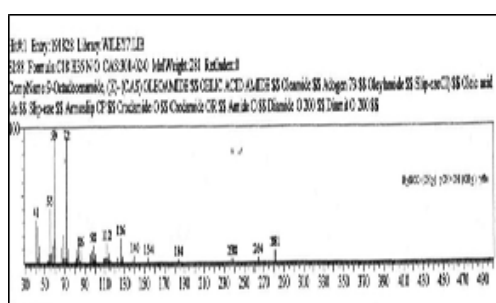
Dari hasil GC-MS terlihat bahwa waktu retensi untuk asam lemak amida dengan jenis palmitamida 12,719 menit dan untuk jenis oleamida adalah 13,259 menit.



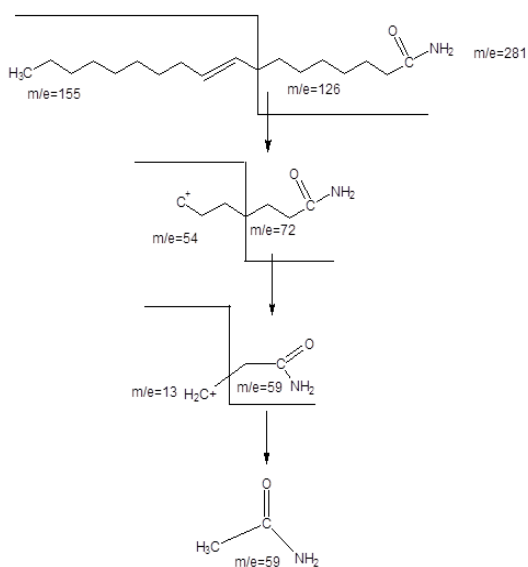
Gambar 6. Kromatogram Asam Lemak Amida hasil Sintesis

Untuk analisis kuantitatif dengan kromatografi gas dapat didasarkan pada salah satu pendekatan yaitu tinggi peak atau area peak analit dan standar, persen area oleamida hasil sintesis yaitu 3,05% dan persen area palmitamida yaitu 1,63%.

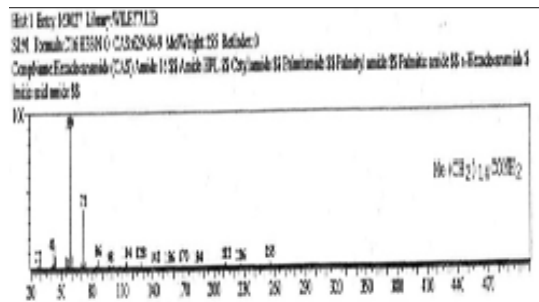
Dari hasil Spektra Massa dapat juga terlihat pola fragmentasi untuk oleamida dan palmitamida seperti di bawah ini



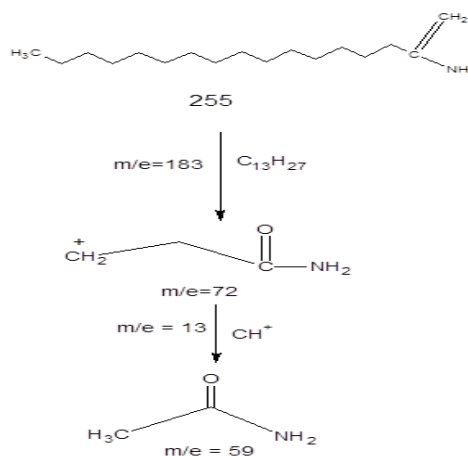
Gambar 7. Spektra Massa Struktur Oleamida



Gambar 8. Fragmentasi Oleamida



Gambar 9. Spektra Massa Struktur Palmitamida



Gambar 10. Fragmentasi Palmitamida

PENUTUP

Simpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh kesimpulan bahwa Minyak inti buah nyamplung dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan asam lemak amida berdasarkan data FT-IR dan GCMS.

Saran

Perlu dilakukan penelitian tentang optimasi pembuatan asam lemak amida dari minyak inti buah nyamplung agar diperoleh asam lemak amida dengan persen hasil yang lebih tinggi dan dilakukan pemisahan asam-asam lemak amida.

DAFTAR PUSTAKA

1. Wolkart, K and Bauer, R. 2007. *The Role Of Alkilamides and Active Principle Of Echinaceae*. *Planta Medica*. 73, 615-623.
2. Łowicki, D., A. Huczynski, J. Stefańska dan B. Brzezinski. (2011), Spectroscopic, semi-empirical and antimicrobial studies of a
3. Khare, S. K., Anand K. dan Tsung, M. K., (2009), Lipase-catalyzed production of a bioactive fatty amide derivative of 7,10-dihydroxy-8(E)-octadecenoic acid. *Bioresource Technology*, 100: 1482–1485
4. Emad A. J. *Enzymatic Synthesis Of Fatty Amides From Palm Olein*, 59 (2), 2010, 59-64.
5. Heyne, K., 1987, *Tumbuhan Berguna Indonesia III*, Balai Penelitian dan Pengembangan Kehutanan, Departemen Kehutanan, Jakarta.
6. Sudrajat, R. Dkk. 2007. *Pembuatan Biodiesel dari Biji Nyamplung*. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan* Vol. 25 No. 1, Februari, pp. 41-56.
7. Kushwaha, N., R.K. Saini, Swatantra, K.S. Kushwaha. (2011), Synthesis of some Amide derivatives and their Biological activity. *International Journal of ChemTech Research*, Vol. 3, No.1, 203-209
8. Herawan, Tjahjono., Nuryanto, E., dan Guriyano, P., 1999. *Penggunaan Asam Lemak Sawit Distilat Sebagai Bahan Baku* newamide of monensin A with 4-aminobenzo-15-crown-5 and its complexes with Na⁺ cation at 1:1 and 1:2 ratios. *Tetrahedron*, Vol. 67: 7, 1468-1478
9. Gunawan, E.R. dan Suhendra, D. (2008). *Wax Ester Production by Alcoholysis of Palm Oil Fractions*. *Indonesian Journal of Chemistry*, 8 (3): 356 – 362
10. Knochel, P., 1999, *Modern Solvents in Organic Synthesis*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany.
11. Liauw, M.Y., Natan, F.A., Widiyanti, P., Ikasari, D., Indraswati, N. dan Soetaredjo, F. E., 2008, Extraction of Neem Oil (*Azadirachta indica* A. Juss) Using n-Hexane And Ethanol: Studies of Oil Quality, Kinetic And Thermodynamic, *ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences*, p:49-54.
12. Tikhonov, A.M., 2010, The Critical Crossover at the n-Hexane–Water Interface, *Journal of Experimental and Theoretical Physics*, p:1055–1057.
13. Oh, J.M., Lee, D.H., Song, Y.S., Lee, S.G. dan Kim, S.W., 2007, Stability of Immobilized Lipase on Poly(vinyl alcohol) Microspheres, *J. Ind. Eng. Chem.*, p:429-433.