

## Mono Acyl Glycerol Compound Synthesis Through Partial Transesterification Of Castor Oil (*Ricinus communis* L.) using KOH as Catalyst

Marlin Ratu, Febri O.Nitbani\*, Pius Dore Ola

Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknik, Universitas Nusa Cendana Indonesia

Article Received: 22 October 2019

Article Accepted: 02 December 2019

### Abstract

It has been done a study of mono acyl glycerol compound synthesis through partial transesterification of castor oil (*Ricinus communis* L.) using KOH as catalyst. The product of mono acyl glycerol obtained is 45.4 % with the ratio between castor oil triglyceride and methanol 1:2 at 35 °C temperature with the amount of catalyst 0.5 % (b/b) from the reactant total weight and the reaction time 30 minutes. In this research, it was done a compound characterization using, TLC, FTIR and LC MS to prove the success of targeting compound has been synthesized.

**Keywords:** Castor Oil (*Ricinus communis* Linn), Methanol, solid KOH

### Abstrak

Telah dilakukan penelitian Sintesis senyawa mono asil gliserol melalui reaksi transesterifikasi parsial Minyak Jarak Castor (*Ricinus communis* L.) menggunakan katalis KOH. Produk mono asil gliserol diperoleh sebesar 45,4 % dengan rasio trigliserida minyak jarak castor dan metanol adalah 1:2 pada suhu 35 °C dengan jumlah katalis 0,5 % (b/b) dari berat total reaktan dan waktu reaksi 30 menit. Dalam penelitian ini, dilakukan karakterisasi senyawa menggunakan KLT, FTIR dan LC MS untuk membuktikan keberhasilan senyawa target yang telah disintesis.

**Kata Kunci:** Jarak Castor (*Ricinus communis* Linn), Metanol, padatan KOH

### PENDAHULUAN

Tumbuhan jarak kastor diambil biji maupun minyaknya untuk diekspor ke berbagai negara dan dipasarkan ke pasar dunia. Minyak dari tumbuhan jarak dapat digunakan diberbagai bidang industri seperti industri sabun, kosmetik, minyak rem, cat, pewarna, plastik, tinta, semir, bahan baku pestisida dan parfum. Dalam dunia farmasi, minyak dari tumbuhan jarak ini dapat di gunakan sebagai penetral rasa kembung dan dapat merangsang muntah. Minyak jarak diperoleh dari hasil ekstraksi biji tanaman jarak (*Ricinus communis* L.). Kandungan utama penyusun jarak kastor adalah asam risinoleat, yaitu sekitar 93,76%<sup>1</sup>. Karena kandungan asam risinoleat yang tinggi, maka minyak jarak kastor memiliki nilai jual yang sangat tinggi<sup>2</sup>.

\*Corresponding Author: Jl. Adisucipto-Penfui Kupang 85110 telp. (+62380)8037977,  
e-mail: [febri\\_nitbani@yahoo.com](mailto:febri_nitbani@yahoo.com)

Asam risinoleat adalah asam lemak yang tersusun dari 18 atom karbon, satu ikatan rangkap (tak jenuh), dan mempunyai gugus fungsi hidroksil pada atom C ke-12. Gugus fungsional ini menyebabkan minyak jarak kastor bersifat polar<sup>3</sup>. Karena asam risinoleat memiliki kekentalan yang relatif sangat tinggi, maka asam lemak ini sering di gunakan sebagai bahan dasar minyak pelumas. Selain sebagai pelumas, minyak kastor dapat digunakan sebagai obat-obatan, *biofuel*, dan sintesis senyawa mono asil gliserol<sup>4</sup>.

Dalam skala industri, untuk mensintesis senyawa mono asil gliserol digunakan reaksi gliserolisis asam lemak atau minyak nabati yang dioperasikan pada suhu 200–260°C. Namun, pada suhu demikian dapat merusak gugus fungsional aktif dari senyawa tersebut, sehingga mengubah atau menurunkan bioaktivitasnya<sup>5</sup>. Selain itu juga, sintesis mono asil gliserol pada kondisi suhu tinggi dapat menghasilkan senyawa mono asil gliserol berwarna gelap dan bau terbakar, serta senyawa yang dihasilkan kurang murni<sup>6</sup>.

Selain melalui reaksi gliserolisis, sintesis mono asil gliserol dapat dilakukan dengan menggunakan enzim. Namun, reaksi jenis ini, laju reaksinya relatif lambat dan harga enzim pada umumnya mahal. Selain itu juga, diperlukan penambahan surfaktan atau pelarut organik untuk memaksimalkan reaksi enzimatik yang sempurna dan efektif<sup>7</sup>. Kelemahan-kelemahan ini, membuka idemencari alternatif lain untuk menghasilkan mono asil gliserol yang lebih mudah dan efisien. Salah satunya, yaitu melalui reaksi transesterifikasi parsial minyak nabati atau asam lemak berkatalis basa atau asam. Arbianti *et al* (2009), menunjukkan bahwa reaksi transesterifikasi parsial minyak kelapa sawit berkatalis NaOH menghasilkan digliserida yang berfungsi sebagai pengemulsi<sup>8</sup>. Sejauh pengetahuan peneliti terhadap berbagai literatur, reaksi transesterifikasi parsial terhadap minyak jarak kastor masih jarang dilakukan. Oleh karena itu, akan dilakukan penelitian parsial transesterifikasi menggunakan KOH.

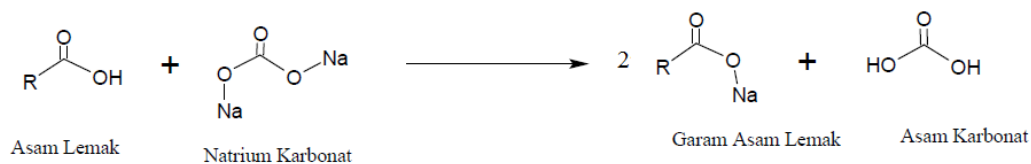
## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian sintesis senyawa mono asil gliserol dari minyak jarak castor (*Ricinus communis* L.) melalui reaksi transesterifikasi parsial dilakukan dalam beberapa tahapan-tahapan yaitu pemurnian minyak jarak castor dari asam lemak bebas, reaksi transesterifikasi parsial minyak jarak castor dengan metanol menggunakan katalis KOH berupa optimasi jumlah katalis dan waktu reaksi dan juga karakterisasi senyawa mono asil gliserol yang dihasilkan menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT), Fourier Transmission Infra Red, dan Kromatografi Cair-Spektroskopi Masa-Spektrokopi Massa (LC-MS MS).

**Pemurnian Minyak Jarak Castor (*Ricinus communis L.*) dari Asam Lemak Bebas**

Minyak nabati merupakan cairan organik yang tidak larut dalam air (hidrofobik). Penyusun utama suatu minyak nabati adalah suatu trigliserida asam lemak. Minyak jarak castor mengandung komponen utama yaitu trigliserida asam lemak risinoleat. Di samping itu, juga terdapat komponen lain, seperti asam lemak bebas dan steroid yang terdapat dalam jumlah yang kecil.

Dalam penelitian ini, minyak castor digunakan sebagai reaktan dalam reaksi transesterifikasi partial untuk menghasilkan mono asil gliserol. Maka perlu dilakukan pemurnian terlebih dahulu, yang tujuannya untuk menghilangkan asam-asam lemak bebas dan steroid ataupun komponen lainnya yang dianggap sebagai pengotor. Pengotor-pengotor tersebut penting dieliminasi dari campuran minyak, agar produk reaksi yang dihasilkan sesuai yang diinginkan. Metode pemurnian yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu netralisasi yang prinsip utamanya adalah reaksi asam basa. Persamaan reaksinya adalah sebagai berikut:



Gambar 1. Reaksi asam lemak bebas dengan natrium karbonat

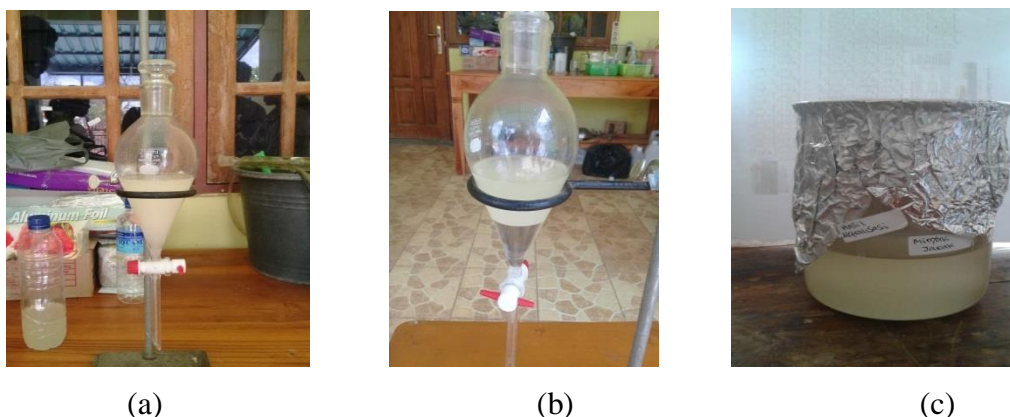
Ketika penambahan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  30% (b/v), terjadi kenaikan pH (pH 3 menjadi pH 7). Kenaikan pH ini, meningkatkan jumlah basa konjugasi dari asam-asam lemak dalam minyak. Jumlah basa konjugasi dari asam-asam lemak bebas di dalam system yang banyak, meningkatkan kelarutan asam-asam lemak tersebut dalam bentuk garamnya dalam air. Dalam netralisasi ini digunakan basa lemah  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  30% (b/v), karena memiliki fungsi mempertahankan struktur kimia trigliserida dalam minyak jarak castor agar tidak terpecah. Jika menggunakan  $\text{NaOH}$  atau  $\text{KOH}$  bersifat basa kuat, maka dipastikan trigliserida akan ikut mengalami hidrolisis.

Minyak jarak castor dilarutkan dalam pelarut n-heksana dan di kocok agar terjadi pelarutan sempurna. Larutan n-heksana bersifat non polar sehingga dapat melarutkan trigliserida dalam minyak jarak castor yang sama-sama memiliki sifat non-polar. Kegunaan larutan n-heksana dalam proses pemurnian ini agar mudah memisahkan minyak pada saat di ekstraksi. Selain mudah dipisahkan, larutan ini juga relative aman, murah dan mudah menguap sehingga sangat baik untuk digunakan dalam proses pemurnian minyak jarak castor.

Penambahan larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  30% (b/v), yang disertai pengocokan menghasilkan produk larutan berwarna keruh seperti yang terlihat pada Gambar 2a. Setelah didiamkan beberapa

menit, selanjutnya dilakukan pencucian terhadap sampel dengan air hingga pH netral terlihat pada gambar 2b. Lapisan bagian atas yaitu fraksi n-heksana kemudian di tambahkan lagi dengan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat. Tujuan penambahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat ini untuk mengikat sisa-sisa air yang masih terdapat dalam minyak jarak castor castor (*Ricinus communis* L.) hasil netralisasi.

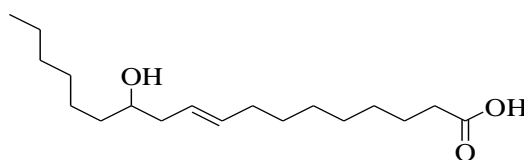
Minyak jarak castor yang diperoleh dari hasil netralisasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  30% (b/v), memiliki bilangan asam  $<1^1$  (Gambar 2c). Penurunan bilangan asam ini dapat dilihat secara kasat mata dari perbedaan kekentalan minyak sebelum ekstraksi dan sesudah dilakukan ekstraksi oleh larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  30% (b/v).



Gambar 2. Proses pemurnian minyak jarak castor (*Ricinus communis* L.)

### Reaksi Transesterifikasi Parsial Dan Minyak Jarak Castor (optimasi sintesis)

Minyak jarak castor hasil pemurnian yang mengandung trigliserida dari asam resinoleat (Gambar 3) kemudian direaksikan dengan metanol menggunakan katalis KOH (Kalium Hidroksida). Penggunaan metanol ini bertujuan untuk memecah 2 gugus asil pada trigliserida sehingga pada akhirnya akan dihasilkan mono asil gliserol. Metanol yang digunakan akan dibatasi penambahannya karena jumlah methanol yang berlebih akan memecahkan semua gugus asil pada trigliserida minyak jarak castor.



Asam risinoleat

Gambar 3. Struktur Asam Risinoleat

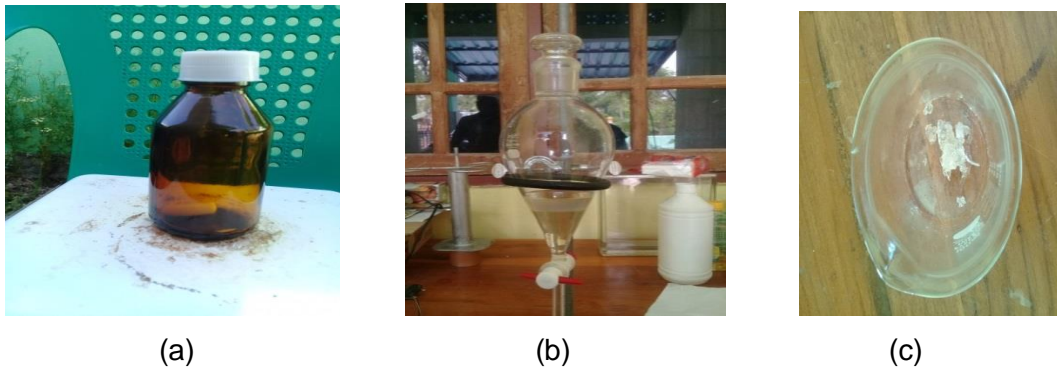
Adanya pembatasan metanol yang digunakan dalam lisis trigliserida minyak jarak castor menjadi mono asil gliserol dikenal sebagai reaksi transesterifikasi parsial. Dalam proses ini, reaksi transesterifikasi parsial minyak jarak castor berlangsung tidak menggunakan pemanasan tetapi berlangsung pada suhu kamar. Katalis KOH diaduk dengan metanol sampai homogen agar terbentuk kalium metoksida dimana berperan sebagai nukleofil dalam melisis trigliserida minyak jarak castor membentuk mono asil gliserol. Rasio mol trigliserida minyak jarak castor terhadap metanol yang digunakan dalam pembentukan mono asil gliserol adalah 1:2.

Langkah awal yang dilakukan yaitu optimasi waktu reaksi dari 15 menit, 30 menit dan 45 menit. Kisaran waktu yang ditetapkan ini dapat diasumsikan akan terjadi pembentukan produk mono asil gliserol dalam jumlah yang banyak karena jika waktu reaksi terlalu lama maka diperkirakan semua gugus asil pada trigliserida minyak jarak castor akan terputus semuanya membentuk metil ester asam lemak dan gliserol.

Larutan selanjutnya didekantasi lalu, diekstraksi dengan larutan hidroalkoholik (etanol : air, 80 : 20). Larutan hidroalkoholik ini sudah dioptimasi pada penelitian sebelumnya (Nitbani *et al.*, 2016) bahwa campuran pelarut air dan etanol dengan perbandingan 80 : 20 adalah yang paling efektif untuk mengekstrak mono asil gliserol yang bersifat polar. Hasil ekstraksi dengan larutan hidroalkoholik membentuk 2 lapisan dimana lapisan atas berupa cairan berwarna keruh dan bagian bawah berwarna bening kekuningan dan lapisan tersebut tidak terpisah secara sempurna atau membentuk emulsi.

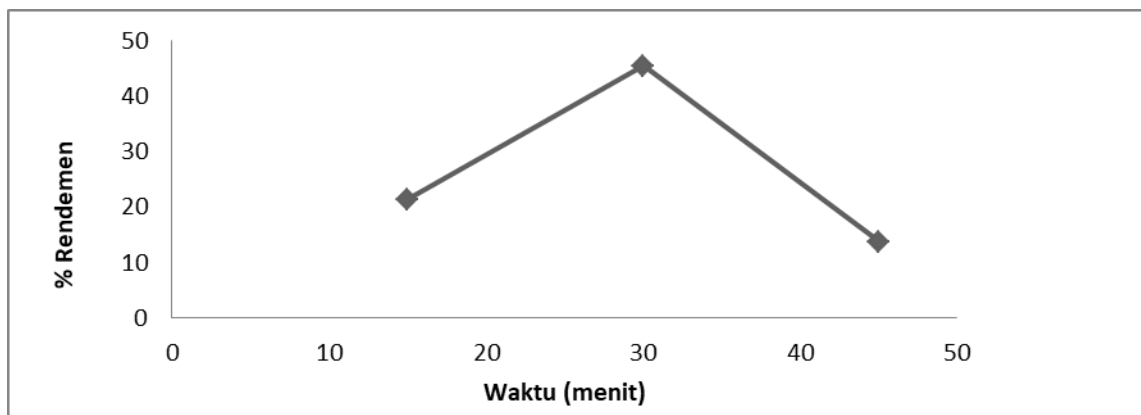
Produk emulsi tersebut langsung kemudian dicuci dengan n-heksana sebanyak 2 kali sehingga benar-benar membentuk 2 lapisan yang sempurna dan produk mono asil gliserol terpisahkan pada fasa hidroalkoholik (bagian bawah). Produk mono asil gliserol bersifat polar sehingga mampu dipisahkan dalam larutan hidroalkoholik. Pelarut n-heksana yang ditambahkan berfungsi untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang berupa produk samping yang bersifat non polar pada saat reaksi transesterifikasi berlangsung. Produk-produk tersebut dapat berupa metil ester asam lemak atau digliserida dan sisa trigliserida yang tidak bereaksi. Semua produk samping larut dengan baik dalam n-heksana.

Selanjutnya senyawa mono asil gliseroldari minyak jarak castor dalam fasa hidroalkoholik dikeringkan lagi dengan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat untuk mengikat molekul-molekul air yang mungkin masih terdapat didalam produk tersebut. Senyawa mono asil gliserol dalam fase hidroalkoholik ditimbang untuk dihitung % rendemen pada setiap perlakuan variasi waktu setelah larutan hidroalkolik dievaporasi. Proses reaksi transesterifikasi dan produk reaksi mono asil gliserol dapat dilihat pada Gambar 4a, 4b dan 4c.



Gambar 4. Proses Reaksi Transesterifikasi Parsial

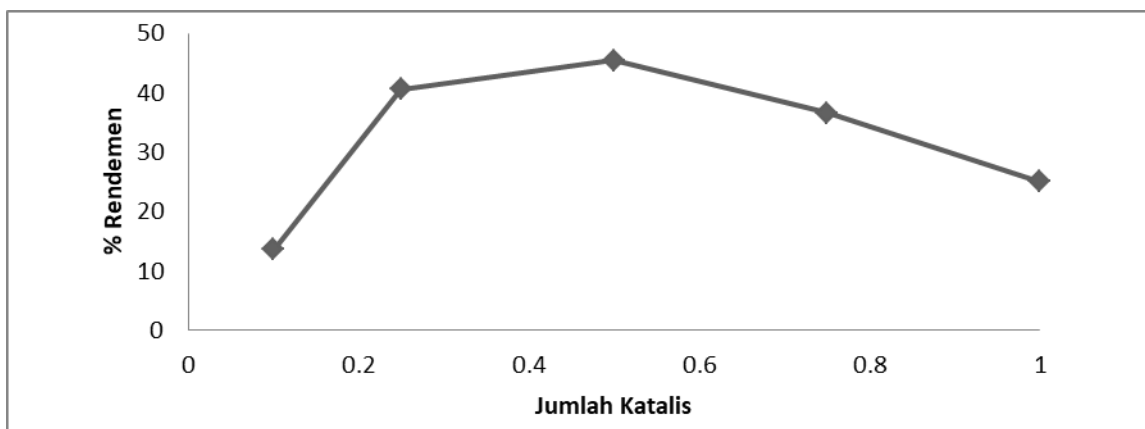
Dalam sintesis mono asil gliserol, dilakukan optimasi reaksi melalui variasi waktu dan jumlah katalis untuk mengetahui waktu dan jumlah katalis yang optimum dalam menghasilkan produk mono asil gliserol dengan persen rendemen tertinggi. Sintesis mono asil gliserol dari minyak jarak castor melalui melalui reaksi transesterifikasi parsial minyak jarak castor, yang dioptimasi terlebih dahulu adalah waktu reaksi, kemudian dilakukan variasi jumlah katalis.



Gambar 5. Grafik waktu reaksi versus % rendemen

Kisaran waktu reaksi yang dioptimasi, yaitu 15 menit, 30 menit dan 45 menit. Dari hasil optimasi waktu reaksi, diketahui bahwa waktu reaksi yang optimum dimana menghasilkan % rendemen produk tertinggi adalah pada waktu reaksi 30 menit (Gambar 5), dengan persen rendemen 45,4%. Hal ini menunjukan bahwa waktu reaksi mempengaruhi suatu produk dapat terbentuk. Ketika waktu reaksi 15 menit reaksi tidak berjalan optimal karena waktu tumbukan antara senyawa-senyawa kurang efektif dan sangat cepat. Sedangkan pada 45 menit

presentasinya menurun karena waktu yang diperlukan terlalu lama sehingga terjadi reaksi kesetimbangan dimana produk sudah lebih dahulu terbentuk. Lehardno 2019, menunjukkan bahwa peningkatan % rendemen juga terjadi dalam waktu 60 menit dengan variasi waktu 30 menit, 60 menit dan 120 menit<sup>9</sup>. Tetapi memiliki hasil rendemen yang lebih rendah. Hal ini dapat dipengaruhi dari sifat masing-masing katalis yang digunakan dimana katalis KOH memiliki titik didih yang lebih tinggi dibandingkan dengan  $K_2CO_3$ . Salah satu faktor yang perlu diperhatikan untuk menghasilkan produk reaksi yang tinggi adalah waktu reaksi. Waktu reaksi adalah waktu yang diperlukan oleh suatu reaktan untuk menjadi produk seluruhnya. Untuk memperoleh waktu yang optimum dalam reaksi kimia di laboratorium, maka dilakukan proses optimasi waktu reaksi. Waktu reaksi yang lama atau singkat daripada seharusnya mempengaruhi jumlah produk yang diperoleh. Waktu yang lama daripada seharusnya, memberikan peluang produk yang diperoleh untuk kembali menjadi produk. Sedangkan, waktu yang reaksi yang terlalu singkat daripada seharusnya, memperkecil peluang terjadinya tumbukan antar molekul senyawa yang bereaksi, sehingga reaksi tidak berjalan secara efektif dan efisien.



Gambar 6. Grafik jumlah katalis versus % rendemen

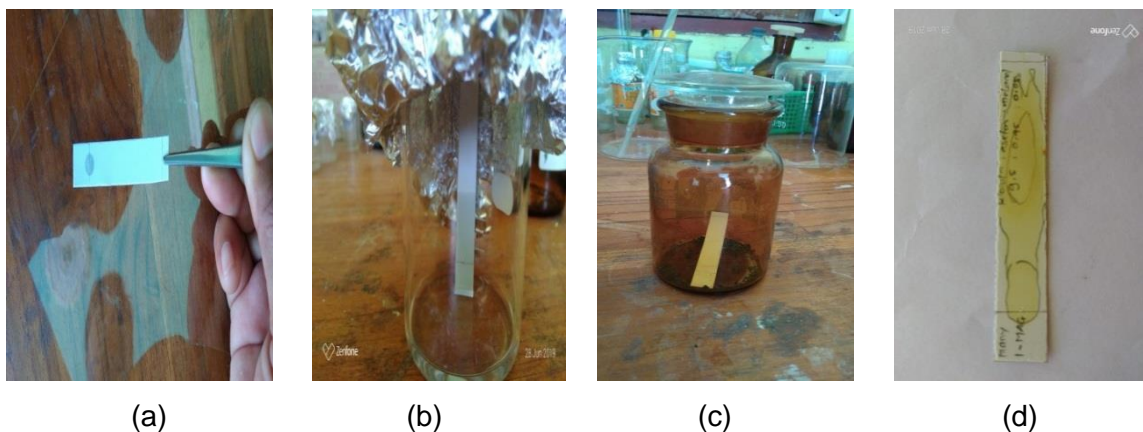
Selanjutnya, waktu reaksi 30 menit digunakan sebagai patokan untuk mengoptimasi jumlah katalis KOH dalam optimasi reaksi transesterifikasi minyak jarak castor. Jumlah katalis yang divariasikan yaitu 0,1 %, 0,25 %, 0,5%, 0,75 %, dan 1% (b/b dari berat total reaktan). Dari hasil optimasi katalis dengan waktu reaksi 30 menit, diperoleh persen rendemen produk tertinggi pada jumlah katalis KOH 0,5% (b/b dari jumlah berat total reaktan) yaitu dengan rendemen 45,4%. Kenaikan pada jumlah katalis 0,5% ini disebabkan karena penambahan jumlah katalis mempengaruhi dimana akan semakin menurunkan energi aktivasi sehingga meningkatkan jumlah molekul yang teraktifkan yang mengakibatkan terjadi kecepatan reaksi. Namun terjadi penurunan katalis di variasi 0,75% dan 1% yang diakibatkan masih adanya asam

lemak bebas yang tidak bereaksi dan masih ada residu dari katalis KOH sehingga KOH bereaksi kembali dengan asam lemak bebas yang tidak bereaksi.

Katalis adalah zat atau senyawa yang membantu mempercepat reaksi, dengan cara menurunkan energi aktivasi, dimana katalis tersebut ikut bereaksi, tetapi di akhir reaksi diperoleh kembali. Secara teoritis, penambahan jumlah katalis dalam suatu reaksi kimia harus steokiometri dengan jumlah reaktan yang bereaksi, agar transformasi reaktan menjadi produk menjadi maksimal. Optimasi adalah proses menentukan penambahan atau penentuan kondisi yang maksimal, dimana suatu reaksi kimia menghasilkan produk reaksi paling tinggi. Dalam penelitian ini, KOH sebagai basa kuat mampu memecah trigliserida minyak jarak castor dengan cara melisis gugus asil untuk menghasilkan senyawa mono asil gliserol. Jumlah katalis KOH yang dibutuhkan hanya 0,5% (b/b dari total berat reaktan karena KOH adalah basa kuat sehingga dalam jumlah sedikitpun mampu melepaskan gugus asil dari tridgliserida untuk membentuk mono asil gliserol.

#### ***Analisis Kromatografi Lapis Tipis (KLT)***

Berdasarkan hasil analisis dengan KLT, diperoleh hasil sebagai berikut. Dari noda yang terbentuk, terdapat satu noda yang jaraknya yang cukup dekat dengan garis bawah dari plat KLT. Noda ini dapat diduga merupakan representasi dari senyawa mono asil gliserol, dengan alasan bahwa senyawa tersebut memiliki kepolaran yang sama dengan fasa diam plat KLT. Dari noda yang muncul terlihat adanya penampakan noda berupa uap  $I_2$  maka terlihat bahwa terdapat noda yang pekat dengan waktu retensi yang lebih pendek, dan bersifat polar. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa sampel yang dianalisis tidak murni mengandung mono asil gliserol tetapi ada produk lain dengan tingkat kepolaran yang lebih rendah sehingga lebih mudah terbawa oleh fasa gerak.

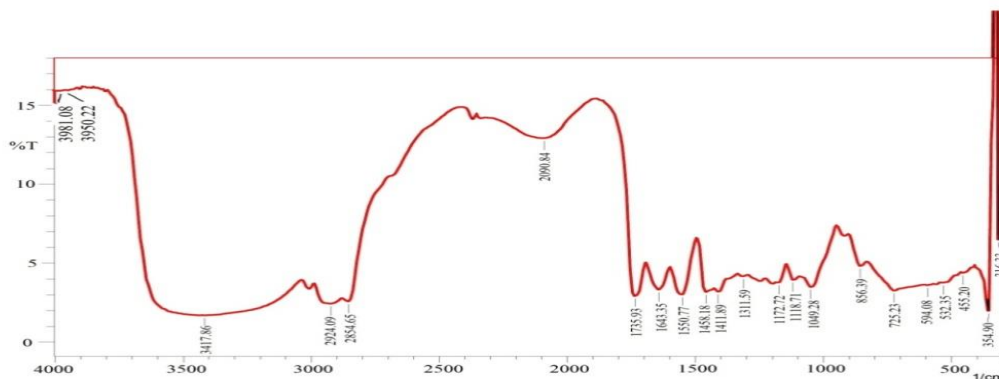


Gambar 7. Proses Analisis KLT



### Analisis Sampel Mono Asil Gliserol dengan FTIR

Produk mono asil gliserol dari fraksi hidroalkoholik hasil transesterifikasi minyak jarak castor selanjutnya dianalisis menggunakan FT IR. Spektra hasil analisis ditunjukkan pada Gambar 8. Dari spektra FTIR tersebut nampak bahwa terdapat serapan-serapan khas yang membuktikan keberadaan senyawa mono asil gliserol dalam sampel. Pada daerah  $3417,86\text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan khas dari gugus  $\text{-OH}$ . Serapan OH yang cukup lebar dengan intensitas tinggi menunjukkan bahwa senyawa yang dianalisis mengandung gugus  $\text{-OH}$  dalam jumlah yang banyak. Hal ini masuk akal, karena dalam senyawa mono asil gliserol dari minyak jarak castor terdapat 2 gugus  $\text{-OH}$  dari senyawa mono asil gliserol dan 1 gugus OH yang terikat pada rantasi asil. Adanya serapan C-O-C di daerah  $1049,28\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya indikasi senyawa ester. Serapan pada daerah  $3000\text{-}2924,09\text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan khas untuk  $\text{C}_{\text{sp}^2}\text{-H}$ . Serapan pada daerah  $2854,65\text{ cm}^{-1}$  dan  $1458,18\text{-}1311,59\text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan khas  $\text{C}_{\text{sp}^3}\text{-H}$ . Sedangkan serapan pada daerah  $1735,93\text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan khas gugus karbonil ( $\text{C=O}$ ).



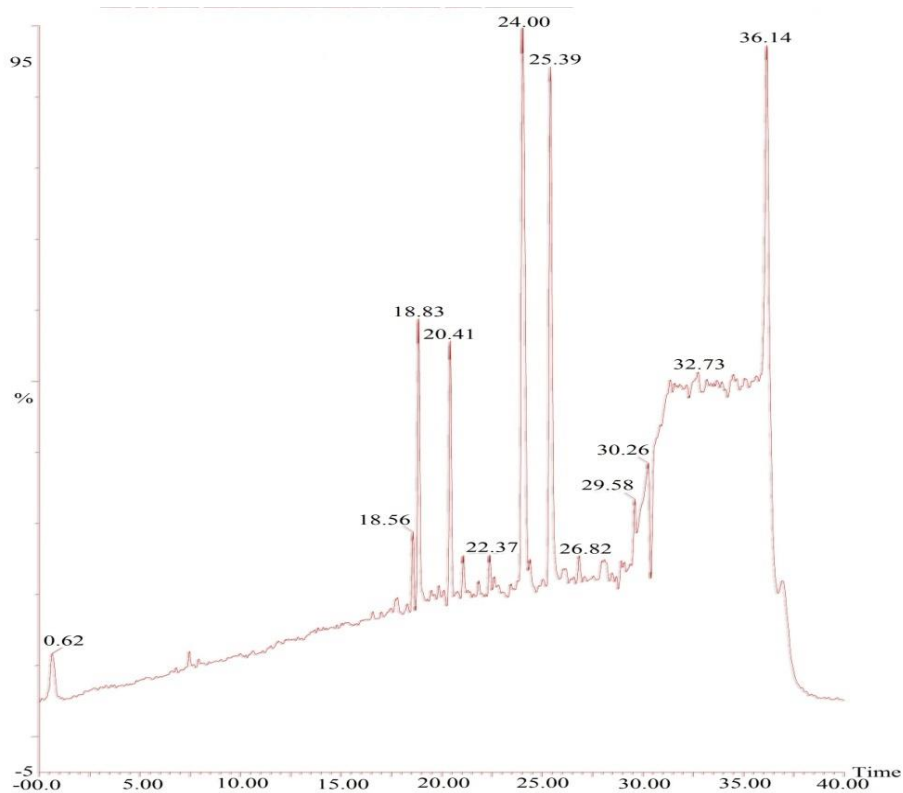
Gambar 8. Hasil analisis FTIR

### Analisis Sampel mono asil gliserol dengan LC-MS-MS

Untuk memperkuat hasil analisis KLT dan FTIR, maka dilakukan analisis LC-MS. Berdasarkan kromatogram di bawah, terlihat bahwa sampel senyawa monorisinolein mengandung beberapa komponen senyawa. Untuk mengetahui keberadaan senyawa target mono asil gliserol yang diprediksikan sebagai senyawa monorisinolein maka dianalisis spektra massa dari puncak-puncak pada kromatogram (Gambar 9). Berdasarkan kromatogram di bawah, terlihat bahwa sampel senyawa monorisinolein mengandung beberapa komponen senyawa. Dari kromatogram pada Gambar 9 terlihat bahwa sampel yang dianalisis tidak cukup

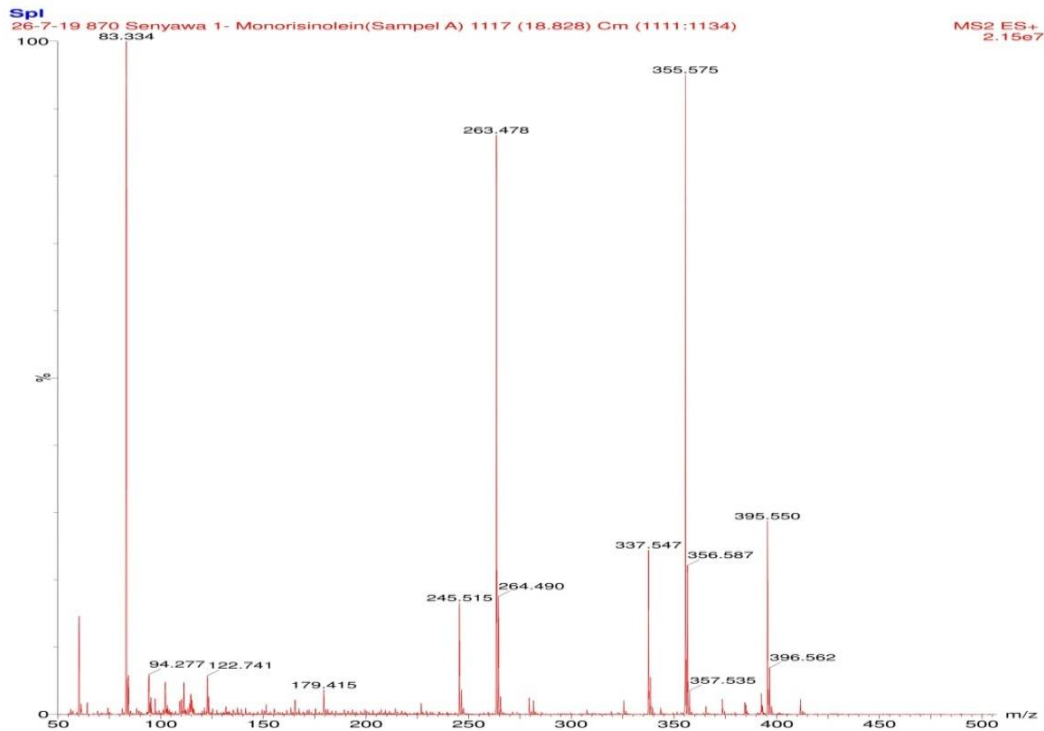
murni tetapi terdiri atas beberapa senyawa masing-masing dengan waktu retensi yang berbeda-beda.

Puncak senyawa target monorisinolein direpresentasikan oleh puncak pada waktu retensi 18,83 menit dan dapat dikonfirmasi dengan data Spektra massa pada Gambar 10.



Gambar 9. Kromatogram hasil analisis dengan LC MS-MS

Dari analisis puncak tersebut, keberadaan senyawa 1-monorisinolein yang memiliki  $M_r$  (M)=372 gr/mol, ditunjukkan oleh puncak dengan  $m/z=396,562$ ,  $m/z=395,550$ ,  $m/z=357,535$ ,  $m/z=356,587$  dan  $355,375$ .  $m/z=396,562$  berasal dari  $M+Na+H(372+23+1)$ .  $m/z=395,550$  berasal dari  $M+Na(372+23)$ .  $m/z=357,535$  berasal dari  $M-H_2O+3H(372-18+3 \times 1)$ .  $m/z=356,587$  berasal dari  $M+Na+2H(372+23+2 \times 1)$ . Sedangkan  $m/z=355,375$  berasal dari  $M-H_2O+H(372-18+1)$ . Dari hasil KLT, FTIR dan LC-MS-MS, dapat disimpulkan bahwa hasil transesterifikasi minyak jarak castor menggunakan metanol dan katalis KOH dapat menghasilkan senyawa monorisinolein walaupun memiliki kemurnian yang masih rendah.



Gambar 10. Spektra massa puncak dengan waktu retensi 18,83 menit

## KESIMPULAN

Senyawa mono asil gliserol berupa monorisinolein dapat disintesis melalui reaksi transesterifikasi parsial dengan menggunakan katalis KOH dengan ratio perbandingan minyak jarak dan methanol adalah 1 : 2. Produk mono asil gliserol dengan reaksi transesterifikasi parsial berada pada menit ke 30 dengan rendemen sebesar 45,4 %. Jumlah katalis KOH optimum yang digunakan untuk menghasilkan produk mono asil gliserol dengan rendemen 45,4 % adalah 0,5 % (b/b dari total berat reaktan). Senyawa monorisinolein dideteksi keberadaannya dari reaksi transesterifikasi partial minyak jarak castor dengan menggunakan analisis LC-MS-MS pada waktu retensi 18,83 menit dengan kemurnian yang masih rendah.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Ola, P.D., Ria, R.A.K., Maria F.S., Tambaru D., & Gauru I., 2009, *Sintesis Biodisel Dari Minyak jarak (Ricinus Communis L.) Melalui Reaksi Transesteriksi Terkatalisasi Basa*, FST Kimia Undana, Kupang.

2. Buendia-Tamariz, M. N., Trejo-Calzada, R., Sánchez-Cohen, I., Flores-Hernández, A., López-Santiago, M.A., Pedroza-Sandova, A., 2018, Growth Analysis Of Four Varieties of *Ricinus Communis* L. in An Arid Region of México, *Interciencia Journal*, 43(2).
3. Cao, Chun-yan., and Zhao, Yong-hua., 2012, Transesterification of Castor Oil to Biodiesel Using Koh/Nay as Solid Base Catalyst, *International Journal of Green Energy*, 10 (2), 219-229
4. Elizabeth., and Boyle., 1997, Monoglycerides in food system : Current and future uses, *Food Technology*, 51(8)
5. Fessenden, R, J. Dan Fessenden, j, S., 1995, *Kimia Organik Jilid 2*, Edisi Ketiga, Erlangga, Jakarta
6. Freedman, B., Butterfield, R.O., Pryde, E.H., 1986. Transesterification kinetics of soybean oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 63, 1375–1380.
7. Nitbani,F.O., Jumina, Siswanta, D., Sholikhah, E.N., & Fitriastuti, D., 2016, Synthesis and Antibacterial Activity of 2-Monolaurin, *Orient. J. Chem*, 32(6), 1-7
8. Hamdila, J.D. 2012. *Pengaruh Variasi Massa Terhadap Karakteristik Fungsionalitas dan Termal Komposit MgO-SiO<sub>2</sub> Berbasis Silika Sekam Padi Sebagai Katalis*, Skripsi. Universitas Lampung. Bandar Lampung
9. Harapan, P., 2016, Sintesis 12-(Asetoksi) Metil Okta Deka-9-Ene-1oat dari Minyak Jarak (*Ricinus communis* L.) Melalui Reaksi Interesterifikasi dan Klorinasi yang Diikuti Asetilasi, *Skripsi Jurusan Kimia FMIPA USU*, Medan

## METODE

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak jarak castor (*Ricinus communis* L.) yang diperoleh dari PT. Bratachem, Yogyakarta, metanol, etanol, aquades, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat, I<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, n-heksana dan KOH.

### Alat

Plat KLT, satu set alat refluks, corong pisah, alat timbang elektrik (Libror EB-330 Shimadzu), LC-MS-MS, dan IR.

### Pemurnian Minyak Jarak Castor (*Ricinus communis* L.) dari Asam Lemak Bebas

Minyak jarak castor sebanyak 50 g dilarutkan ke dalam 50 mL n-heksana dan dimasukkan ke dalam corong pisah. Selanjutnya 50 mL larutan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 30% (b/v) sambil dikocok perlahan-lahan. Lapisan bawah yang berwarna kuning keruh berbentuk gelatin dipisahkan, sedangkan lapisan atas ditambah lagi dengan 50 mL larutan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 30% (b/v), kemudian di cuci dengan aquades hingga pH netral. Cairan kuning jernih yang diperoleh dikeringkan dengan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat dan dievaporasi untuk menghilangkan n-heksan. Produk minyak hasil netralisasi dengan basa ditentukan lagi nilai bilangannya.

### **Sintesis Mono Asil Gliserol : Optimasi Waktu Reaksi**

Sebanyak 0,04 gram KOH kemudian dimasukkan ke dalam wadah dan ditambahkan 2 mL metanol, selanjutnya diaduk dengan magnetik stirer selama selama 30 menit sambil diberikan sedikit pemanasan sampai padatan KOH larut. Selanjutnya kedalam campuran KOH dan metanol ditambahkan 10 gr minyak jarak castor kemudian diaduk dengan magnetik stirer selama 1 jam. Selanjutnya dikeluarkan produk reaksi dengan cara dekantasi untuk selanjutnya ditambahkan dengan larutan etanol-air dengan perbandingan 80:20 sebanyak 20 mL. Campuran akan membentuk 2 lapisan dengan lapisan bawah berupa padatan putih dan lapisan atas berwarna kuning keruh. Selanjutnya lapisan bawah berupa padatan putih dicuci dengan n-heksan 2 x 25 mL, dan lapisan bawah dipisahkan dan selanjutnya dipisahkan larutan etanol-air dengan evaporator. Berat produk akhir ditimbang. Optimasi waktu reaksi dilakukan dengan prosedur yang sama pada waktu reaksi 15 menit, 30 menit dan 45 menit.

### **Sintesis Mono Asil Gliserol : Optimasi Jumlah Katalis KOH**

Tahap selanjutnya dilakukan variasi jumlah katalis KOH menggunakan % rendemen terbesar yang dihasilkan dari variasi waktu reaksi pembentukan mono asil gliserol. Prosedur dalam optimasi jumlah katalis KOH dalam sintesis mono asil gliserol dari minyak jarak castor sama dengan langkah kerja pada bagian 3.3.2 terutama. Waktu reaksi dilakukan secara sama yaitu pada waktu reaksi 30 menit. Jumlah katalis KOH divariasikan pada jumlah 0,1 %, 0,25 %, 0,5%, 0,75 %, dan 1%. dari total berat reaktan.

### **Analisis Kromatografi Lapis Tipis (KLT)**

Pada tahap ini, dipotong plat KLT dengan ukuran 5 x 2 cm, kemudian diambil sampel mono asil gliserol 0,05 mg ditambahkan aseton sambil terus diaduk sampai padatan sampel mono asil gliserol larut. Selanjutnya, sampel ditotolkan di batas garis bawah plat KLT, lalu di diamkan. Langkah selanjutnya, dimasukkan ke dalam larutan fase gerak (eluen) diantaranya adalah kloroform : aseton : metanol dengan perbandingan 3 mL : 1,25 mL : 0,75 mL. Noda pada KLT ditampakan dengan uap I<sub>2</sub>.

### **Analisis FTIR dan LC-MS-MS Produk Mono Asil Gliserol**

Produk dengan rendemen tertinggi pada optimasi waktu reaksi dan jumlah katalis selanjutnya dianalisis menggunakan FTIR dan LC MS MS.