



## PROSIDING

### SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA III

"Teori dan Aplikasi Sains dalam Isu Globalisasi Lingkungan, Profesionalisasi Pembelajaran dan Kewirausahaan"

Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS

Surakarta, 7 Mei 2011



MAKALAH PENDAMPING

**BIOKIMIA**  
(Kode : F-09)

ISBN : 978-979-1533-85-0

## SINTESIS SURFAKTAN DIGLISERIDA DAN MONOGLISERIDA MELALUI REAKSI GLISEROLISIS METIL KAPRAT

Daniel

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

Jl. Barong Tongkok No.4 Kampus Gn. Kelua Samarinda. Kalimantan Timur- Indonesia.

Telp. 0541-749152

E-mail: Daniel\_trg08@yahoo.com

### Abstrak

Sintesis digliserida dan monogliserida melalui reaksi gliserolisis metil kaprat dengan gliserol. Hasil penelitian menunjukkan ester campuran yang terdiri dari monokaprilgliserol, 1,2-dikaprilgliserol, 1,3-dikaprilgliserol, trikaprilgliserol. Pemisahan 1,3-dikaprilgliserol dan monokaprilgliserol dari campuran senyawa ester tersebut dengan kromatografi kolom menggunakan eluen n-heksan : dietil eter : asam formiat = 8 : 2 : 0,2(v/v). Hasil yang di dapat dianalisis dengan spektrofotometer FT-IR dan  $^1\text{H-NMR}$ . Hasil pemisahan dari kromatografi kolom, di uji kemurniannya menggunakan KLT dengan Rf untuk monokaprilgliserol 0,40; 1,2 dikaprilgliserol Rf 0,46; 1,3 dikaprilgliserol Rf 0,78; trikaprilgliserol Rf 0,85 dan metil kaprat Rf 0,91. Spektrum FT-IR 1,3-dikaprilgliserol memberikan pita serapan kimia pada bilangan gelombang ( $\text{Cm}^{-1}$ ) 3438.12(OH); 2924.09 – 2854.65(CH sp<sup>3</sup>); 1728.2(C=O); 1458.18 – 1411.89 (Metil dan Metilen); 1280.73 – 1226.73(C-O-C=O) ; 1033.85(C-O); 710.85(CH<sub>2</sub>)<sub>8</sub> cm<sup>-1</sup> dan spektrum  $^1\text{H-NMR}$  dari 1,3 dikapril gliserol memberikan lima pergeseran kimia yaitu pada daerah 0,9 ppm (CH<sub>3</sub>); 1,3 ppm (CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>; 2,4 ppm (CH<sub>2</sub>); 3,5 ppm (CH<sub>2</sub>) dan 3,9 ppm (OH). Dari pengukuran harga *Hidrofilic Lipofilic Balance* (HLB) dengan metode titrasi, harga HLB monokaprilgliserol adalah 13,06 dan harga HLB 1,3 dikaprilgliserol adalah 15,10.

**Kata Kunci** : surfaktan, gliserolisis, esterifikasi, gliserol, asam lemak.

### PENDAHULUAN

Ester asam lemak di alam sebagian besar terdapat dalam bentuk trigliserida ataupun dalam bentuk digliserida dan monogliserida. Ester asam lemak dialam dapat juga dibuat apabila gugus hidroksilnya teresterkan. Ester asam lemak dari gliserol yang membentuk monoester, diester sering dimodifikasi untuk bahan makanan, maupun bahan surfaktan, aditif, deterjen. Ester asam lemak dalam bentuk trigliserida dapat dibuat dengan reaksi interesterifikasi antara dua jenis lemak, padat dan minyak cair untuk mengubah posisi asam lemak tersebut [10].

Perubahan letak posisi pada asam lemak secara reaksi interesterifikasi akhirnya digunakan

untuk merekayasa lipida yang tersabunkan menjadi sumber bahan makanan yang bermanfaat bagi kesehatan. Triglierida di dalam tubuh manusia terhidrolisa oleh enzim pankreas pada posisi C<sub>1</sub> dan C<sub>3</sub> sedangkan C<sub>2</sub> tetap dalam bentuk ester. Ester yang masih terikat pada gliserol pada C<sub>2</sub> biar bagaimanapun panjang rantainya masih dapat diserap oleh tubuh sebagai sumber energi, sedangkan asam lemak bebas hasil hidrolisis pada posisi C<sub>1</sub> dan C<sub>3</sub> apabila berantai panjang sulit untuk terabsorpsi oleh tubuh [2,10].

Ester monogliserda, dan digliserida masih diimport dari luar negeri walaupun Indonesia sangat kaya akan bahan alami untuk pembuatannya, misalnya dari minyak kelapa dan

kelapa sawit. Selain itu bahan alami lainnya juga sangat banyak seperti minyak kemiri, minyak kedelai, minyak sawit, dan minyak alami lainnya [2,10].

Untuk memperoleh senyawa digleserida tersebut telah banyak yang diupayakan melalui esterifikasi antara gliserol dengan asam lemak baik secara reaksi kimia maupun secara bioteknologi menggunakan enzim lipase. Senyawa 1,3 dikapril gliserol disamping berfungsi sebagai surfaktan juga merupakan zat antara untuk pembuatan MCT (*Medium Chain Triglycerides*) bila direaksikan dengan asam lemak tidak jenuh seperti oleat, linoleat serta asam lemak tidak jenuh lainnya maka senyawa ini dapat digunakan sebagai bahan nutrisi bagi orang yang mengalami gangguan pencernaan [4].

Surfaktan yang merupakan ester antara senyawa poliol dengan asam lemak seperti mono dan digleserida, serta beberapa senyawa lainnya yang secara luas telah umum digunakan dalam industri makanan, obat-obatan serta kosmetik [14]. Penggunaan surfaktan ini dapat berfungsi sebagai pembasah (*wetting agent*), bahan pengemulsi (*emulsifying agent*), dan sebagai bahan pelarut (*solubilizing agent*) [15]. Selain itu surfaktan juga mempunyai peranan penting untuk menurunkan tegangan permukaan bahan yang dikenainya. Aktivitas kerja suatu surfaktan karena sifat ganda dari molekul tersebut. Molekul surfaktan memiliki bagian polar yang suka air dan bagian non polar yang suka minyak dan lemak.

Asam kaprat merupakan asam lemak jenuh rantai sedang yang didapatkan dari ekstraksi tumbuh-tumbuhan ataupun hewani. Dalam penelitian ini digunakan asam kaprat karena asam kaprat mudah dicerna dan diserap habis oleh tubuh sehingga tidak terjadi penimbunan lemak dalam usus walaupun asam kaprat ini berbentuk padat pada suhu kamar dan suhu tubuh. Asam kaprat juga mempunyai kelarutan lebih tinggi jika

dibanding dengan asam lemak jenuh lainnya. Selain itu asam kaprat tidak punya atom hidrogen yang hilang atau tidak punya ikatan ganda sehingga tidak peka terhadap oksidasi dan pembentukan radikal bebas [2,4,10].

Dalam penelitian ini digunakan katalis p-TSA karena p-TSA merupakan asam organik yang kuat dan lebih kuat dari asam benzoat dan juga dapat larut dalam alkohol, air dan pelarut organik. P-TSA merupakan salah satu asam kuat yang berbentuk padat sehingga mudah dalam proses penimbangan. Selain itu, berbeda dengan asam kuat lainnya (terutama asam nitrat dan asam sulfat) p-TSA bersifat non-oksidator. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis senyawa mono dan digliserida melalui reaksi esterifikasi antara gliserol dan metil kaprat menggunakan katalis p-TSA (*p-toluenosulfonic Acid*).

## PROSEDUR PERCOBAAN

### 1. Alat-alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pipet volume, pipet tetes, gelas ukur, *beaker glass*, corong saring, neraca analitik, kertas saring *Whatman 42*, kondensor, labu leher tiga, pengaduk magnet, termometer, *hot plate stirrer*, statip dan klem, plat kromatografi lapis tipis, kolom kromatografi, lampu UV 365, vial, *rotaryevaporator*, FT-IR, <sup>1</sup>H-NMR.

### 2. Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam kaprat, methanol, gliserol, p-TSA(*p-toluenesulfonic Acid*), *deionized water*, kloroform, natrium sulfat anhidrus, n-Heksan, dietil-eter, asam formiat, silika gel G. 60, iodin.

### 3. Pembuatan Metil Kaprat

Dilarutkan 10,24 gram asam kaprat dalam benzena 50 ml dan ditambahkan metanol berlebih

dalam labu leher tiga yang dihubungkan dengan kondensor diatas *hotplate stirrer*. Ditambahkan 0,5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (p) melalui corong pisah tetes demi tetes sambil diaduk ke dalam labu leher tiga pada suhu dingin 1-5°C. Campuran direfluks pada suhu 80° C selama 8 jam. Hasil reaksi diuapkan dengan menggunakan alat rotari evaporator untuk menghilangkan pelarut benzena dan kelebihan metanol. Residu yang diperoleh ditambahkan 100 ml heksana dan dicuci dengan aguadest sebanyak tiga kali. aguadest yang tertinggal pada hasil cucian dikeringkan dengan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrus didiamkan selama 24 jam dan disaring. Residu dimurnikan menggunakan alat rotarievaporator untuk menguapkan pelarut sehingga diperoleh metil kaprat

#### 4. Pembuatan Mono dan Digliserida dari Metil Kaprat dengan Gliserol.

Metil kaprat 86 gram dan gliserol 23 gram dimasukkan kedalam labu leher tiga, kemudian ditambahkan kloroform lalu diaduk dan ditambahkan p-TSA hingga homogen. Kemudian larutan yang telah homogen direfluks pada suhu 50- 60 °C selama 6 jam hingga terbentuk dua lapisan lalu didinginkan. Lapisan atas diambil dan dicuci dengan *deionized water*, kemudian dipisahkan dan diambil lapisan kloroform. Lapisan kloroform yang didapat kemudian ditambahkan dengan natrium sulfat anhidrus untuk mengikat air yang masih terkandung dalam lapisan kloroform. Kemudian lapisan kloroform yang telah bebas dari kandungan air di rotary evaporator untuk menghilangkan sisa pelarut, sehingga didapatkan senyawa gliserida campuran yang bebas dari pelarut.

#### 5. Pemisahan dan Pemurnian Mono dan Digliserida dari Gliserida Campuran.

Senyawa gliserida campuran yang telah bebas dari pelarut diuji kemurnian melalui analisis

Kromatografi Lapis Tipis menggunakan eluent n-heksan : dietil- eter : asam formiat = 8 : 2 : 0.2 (v/v). Kemudian untuk memisahkan senyawa gliserida campuran tersebut dilakukan dengan kromatografi kolom menggunakan fasa diam silika gel G 60 dan fasa gerak n-heksan : dietil eter : asam formiat. Hasil dari kromatografi kolom yang didapatkan ditampung dengan vial masing-masing 5 ml, selanjutnya diamati dengan Kromatografi Lapis Tipis dengan eluen n-heksan : dietil eter : asam formiat (8 : 2 : 0,2). Hasil dari KLT yang memberikan noda dengan harga R<sub>f</sub> yang sama dapat digabungkan, dan selanjutnya dilakukan indentifikasi menggunakan spektroskopi FT-IR dan <sup>1</sup>H-NMR.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### 1. Hasil Penelitian

Sebanyak 86 gram metil kaprat dan 23 gram gliserol yang direaksikan dengan p-TSA menggunakan pelarut kloroform, menghasilkan senyawa gliserida campuran sebanyak 25,6 gram. Senyawa gliserida campuran sebanyak 25,6 gram yang dihasilkan diuji kemurniannya menggunakan kromatografi lapis tipis dengan eluen n- heksan : dietileter : asam formiat = 8 : 2 : 0,2 (v/v), Dari hasil pemisahan senyawa gliserida campuran sebanyak 10 gram menggunakan kromatografi kolom didapatkan berat mono gliserida sebanyak 3,05 gram dan 1,3 dikaprilgliserol sebanyak 2,306 gram.

### 2. Pembahasan

Pada proses ini metil kaprat direaksikan dengan gliserol untuk membentuk senyawa estergliserida melalui reaksi gliserolisis. Pelarut benzena digunakan sebagai media reaksi dan asam p-toluensulfonat sebagai katalis. Reaksi dilakukan pada suhu 80°C selama 8 jam karena pelarut benzena memiliki titik didih 80°C. Dalam penelitian ini digunakan katalis p-TSA karena p-TSA merupakan asam organik yang kuat dan lebih

kuat dari asam benzoat dan juga dapat larut dalam alkohol, air dan pelarut organik. p-TSA merupakan salah satu asam kuat yang berbentuk padat sehingga mudah dalam proses penimbangan. Selain itu, berbeda dengan asam kuat lainnya (terutama asam nitrat dan asam sulfat) p-TSA bersifat non-oksidator.

Hasil reaksi berbentuk cair berwarna kekuning-kuningan dan membentuk dua lapisan. Kemudian hasil reaksi dipindahkan ke dalam corong pisah dan dicuci dengan aquadest untuk memisahkan gliserol dari campuran. Lapisan benzena ditambahkan dengan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrus selama 24 jam agar larutan bebas dari kandungan air. Setelah itu disaring dan filtratnya dirotarievaporasi untuk menghilangkan pelarut yang masih terdapat dalam larutan sehingga diperoleh gliserolat murni. Sintesis gliserida antara metil kaprat dan gliserol dengan perbandingan mol 2 : 1 akan menghasilkan senyawa digliserida dimana gugus OH pada posisi 1 dan 3 dari gliserol lebih reaktif dibandingkan posisi 2 untuk membentuk estergliserida.

Pemurnian senyawa monogliserida dan digliserida dilakukan dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan Kromatografi Kolom. KLT merupakan metode identifikasi awal untuk menentukan kemurnian senyawa yang dihasilkan pada proses sintesa. Pada KLT awal ini pengujian dilakukan untuk mengetahui jumlah komponen senyawa dalam gliserolat hasil gliserolisis antara metil kaprat dengan gliserol. Gliserolat dianalisis dengan KLT menggunakan campuran beberapa variasi pelarut yaitu benzena : dietil eter, heksana : dietil eter, benzena : etil asetat, kloroform : dietil eter, dan pelarut heksana : etil asetat. Hasil KLT diuapi dengan iodine sebagai penampak noda.

Dari hasil pengujian KLT, menggunakan pelarut benzena : dietil eter, heksana : dietil eter, benzena : etil asetat, kloroform : dietil eter tidak memberikan pemisahan noda yang baik (noda

tidak terpisah), sedangkan menggunakan pelarut heksana : dietileter : asam formiat = 80 : 20 : 2 (v/v) menghasilkan beberapa buah noda yakni dengan harga  $R_f = 0,40$  untuk monokaprilgliserol (monogliserida),  $R_f = 0,46$  untuk 1,2 dikaprilgliserol (digliserida),  $R_f = 0,78$  untuk 1,3 dikaprilgliserol (digliserida),  $R_f = 0,85$  trikaprilgliserol (trigliserida) dan  $R_f = 0,91$  untuk metil kaprat (Tabel 1). Pada plat KLT noda paling atas adalah metil kaprat, disusul trigliserida, digliserida dan monogliserida. Hal ini berdasarkan pada prinsip like dissolves like. Plat KLT (fase diam) yang terbuat dari silika bersifat polar sedangkan eluen (fase gerak) yang sebagian besar berupa heksana bersifat nonpolar sehingga senyawa yang lebih nonpolar akan terbawa oleh eluen terlebih dahulu sedangkan senyawa yang lebih polar akan tertahan pada plat dan terpisah belakangan.

Proses pemisahan dilanjutkan dengan kromatografi kolom untuk memisahkan senyawa monogliserida dan digliserida yang ada pada gliserolat menjadi senyawa yang tunggal dan murni. Metode yang digunakan adalah metode isokratik. Metode isokratik merupakan salah satu metode kromatografi kolom dengan menggunakan eluen yang sama dari tahap awal hingga tahap akhir. Eluen diperoleh berdasarkan hasil KLT yang memberikan pemisahan noda terbaik, dalam hal ini eluen yang digunakan heksana : dietil eter : asam formiat = 80 : 20 : 2 (v/v).

Pemisahan senyawa monogliserida dan digliserida dari gliserolat dengan kromatografi kolom dilakukan dengan menggunakan silika gel 60 (35 – 70 mesh) sebagai fase diamnya. Silika gel yang telah disuspensikan dengan heksana : dietil eter : asam formiat = 80 : 20 : 2 (v/v) dimasukkan ke dalam kolom yang dasarnya telah diberi kapas dan didiamkan selama satu malam dengan tujuan agar kolom kromatografi jenuh, homogen dan tidak ada gelembung udara sehingga dapat memisahkan sampel dengan baik. Setelah itu

sebanyak 10 gram gliserolat dilarutkan dalam pelarut yang sama dengan pelarut KLT dan ditambahkan dengan silika gel dengan jumlah yang sama dengan gliserolat, yang disebut proses preadsorpsi lalu hasil preadsorpsi dimasukkan ke dalam kolom dan kemudian dielusi dengan eluen heksana : dietil eter : asam formiat = 80 : 20 : 2 (v/v). Hasil preadsorpsi yang dimasukkan ke dalam kolom diusahakan setipis mungkin dengan tujuan agar mempermudah proses pemisahan, eluen dengan cepat akan memisahkan sampel dan sampel akan terpisah dengan baik. Hasil elusi ditampung dalam botol vial masing-masing sebanyak 5 ml, kemudian vial-vial tersebut diangin-anginkan sampai pelarutnya habis menguap yang kemudian akan dimonitor dengan KLT.

Kromatografi kolom dengan eluen heksana : dietil eter : asam formiat = 80 : 20 : 2 (v/v) menghasilkan 111 vial. Vial-vial tersebut dimonitoring dengan KLT dengan menggunakan eluen yang sama dan diamati setelah diuapi dengan uap iodin. Vial-vial dengan nilai Rf sama digabungkan menjadi satu fraksi sehingga diperoleh 5 fraksi dengan masing-masing Rf= 0,40, Rf= 0,46, Rf=0,78, Rf=0,85 dan Rf=0,91. Hasil pada vial F (1,3 dikaprilgliserol) dan vial J (monokaprilgliserol) yang telah diuji kemurniannya menggunakan kromatografi lapis tipis kemudian diidentifikasi strukturnya dengan FT-IR dan <sup>1</sup>H-NMR.

Terbentuknya senyawa monogliserida oleh spektrum FT-IR (Gambar 1) ditandai dengan puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 1743,65 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi dari gugus C=O ester dan didukung oleh munculnya puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 1296,16 – 1010,70 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi C-O-C=O dari ester. Puncak vibrasi pada daerah bilangan gelombang 2924,09 cm<sup>-1</sup> sampai 2854,65 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi *stretching* –CH sp<sup>3</sup>, dan didukung puncak serapan pada daerah bilangan

gelombang 1442,75 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus metil dan metilen. Puncak vibrasi pada daerah bilangan gelombang 725,23 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi *rocking* dari (CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub> untuk n<sub>≥</sub>4 yaitu pada (CH<sub>2</sub>)<sub>14</sub> dan puncak vibrasi pada daerah bilangan gelombang 3419,60 cm<sup>-1</sup> adalah merupakan vibrasi dari gugus OH.

Dari hasil pemisahan kromatografi kolom didapatkan dua senyawa digliserida (1,2 dikaprilgliserol dan 1,3 dikaprilgliserol). Pada posisi 1,2 dikaprilgliserol, digliserida pada posisi ini tidak stabil dikarenakan pada gugus alkohol primer sn-3 tidak teresterkan sehingga mudah bereaksi dengan senyawa lain. Sedangkan pada 1,3 dikaprilgliserol gugus alkohol primer pada posisi sn-1 dan sn-3 semua teresterkan sehingga lebih stabil, meskipun pada pada gugus alkohol sekunder pada posisi sn-2 tidak teresterkan. Karena pada posisi sn-2 sulit untuk bereaksi dengan senyawa lain disebabkan adanya halangan sterik yang kuat sehingga digliserida pada posisi 1,3 dikaprilgliserol inilah yang lebih stabil [14,15].

Penggunaan metil kaprat berlebih dimaksudkan agar digliserida yang terbentuk memperoleh hasil yang maksimal dan 1,3-dikaprilgliserol yang diperoleh akan bercampur dengan senyawa lain seperti monokaprilgliserol, 1,2-dikaprilgliserol, asam kaprat dan kandungan trigliserida yang sangat sedikit [10].

Digunakan metil kaprat karena metil kaprat sangat stabil terhadap pengaruh oksidasi dan pemanasan tinggi, sehingga tidak berpotensi mengandung unsur-unsur radikal bebas yang sangat berbahaya bagi tubuh. Selain itu asam kaprat mempunyai kekentalan yang lebih rendah dan kelarutan lebih tinggi sehingga dalam pencernaan dan penyerapan dalam tubuh sangat baik.

Digliserida merupakan ester dari asam lemak dengan gliserol yang mengandung gugus karboksil pada rantai karbon yang bersifat lipofilik

dimana kedua gugus ini sangat efektif didalam proses dispersi shortening. *Shortening* berfungsi untuk melunakan hasil olahan, dimana senyawa ini dapat meningkatkan sistem emulsi dalam campuran lemak dan air.

Terbentuknya senyawa 1,3 dikaprilgliserol oleh spektrum FT-IR (Gambar 2) ditandai dengan puncak serapan pada daerah bilangan gelombang  $1728.2\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi dari gugus C=O ester dan didukung oleh munculnya puncak serapan pada daerah bilangan gelombang  $1226.73\text{ cm}^{-1}$  sampai  $1280.73\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi C-O-C=O dari ester. Puncak vibrasi pada daerah bilangan gelombang  $2924.09\text{ cm}^{-1}$  sampai  $2854.65\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi stretching -CH sp<sup>3</sup>, dan didukung puncak serapan pada daerah bilangan gelombang  $1458.18\text{ cm}^{-1}$  sampai  $1411.89\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus metil dan metilen. Puncak vibrasi pada daerah bilangan gelombang  $710.85\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi rocking dari (CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub> untuk n<sub>≥</sub>4 yaitu pada (CH<sub>2</sub>)<sub>8</sub>. Puncak serapan pada daerah bilangan  $1033.85\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan C-O alkohol sekunder dari OH pada sn-2 molekul gliserol dan puncak vibrasi pada daerah bilangan gelombang  $3438.12\text{ cm}^{-1}$  adalah merupakan vibrasi dari gugus OH.

Dari spektrum <sup>1</sup>H-NMR (Gambar 3) dijumpai pergeseran kimia dengan empat lingkungan kimia yaitu pada daerah 0,9 ppm yang merupakan 6 proton dari dua gugus CH<sub>3</sub> yang terikat pada CH<sub>2</sub> rantai panjang dari kaprat. Pergeseran kimia pada daerah 1,3 ppm menunjukkan 24 proton dari dua gugus (CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub> rantai panjang yang terikat pada CH<sub>3</sub>. pergeseran kimia pada daerah 2,4 ppm menunjukkan 4 buah proton dari dua gugus (CH<sub>2</sub>) yang terikat pada (CH<sub>2</sub>)<sub>6</sub>. Pergeseran kimia pada daerah bilangan gelombang 3,9 ppm yang diberikan oleh proton dari gugus OH dari rantai gliserol dan pada daerah 3,5 ppm yang diberikan oleh proton CH<sub>2</sub> yang terikat pada gugus C=O.

Gliserida yang diperoleh ditentukan harga HLB (*Hidrophilic-Lipophilic Balance*) dengan menggunakan metode titrasi dengan menentukan bilangan penyabunan dan bilangan asam. Metode titrasi digunakan dalam penentuan HLB dikarenakan gliserida yang dihasilkan sukar larut dalam air, sehingga sukar untuk ditentukan dengan metode pengukuran CMC (*Critical Micelle Concentration*). Dari harga bilangan penyabunan dan harga bilangan asam selanjutnya ditentukan harga HLB dengan rumus :  $HLB = 20 ( 1 - P / A )$  dimana P = Bilangan Penyabunan dan A = Bilangan Asam.

## KESIMPULAN

Pemisahan dan untuk uji kemurnian senyawa ester gliserida menggunakan analisis Kromatografi Lapis Tipis dan kolom menggunakan campuran pelarut n-heksan : dietileter : asam formiat dengan perbandingan 8 : 2 : 0,2 (v/v) menghasilkan senyawa 1,3 dikaprilgliserol yang sebanyak 23,06% dan senyawa monokaprilgliserol sebanyak 30,05%. Hasil analisa dari spektroskopi dari FT-IR dan <sup>1</sup>H-NMR menggambarkan spektrum bahwa senyawa hasil reaksi yang diperoleh adalah senyawa ester digliserida (1,3-dikaprilgliserol) dan monokaprilgliserol. Harga HLB senyawa monokaprilgliserol yang dihasilkan dengan menggunakan metode titrasi adalah sebesar 13,06 sedangkan harga HLB senyawa 1,3 dikaprilgliserol adalah 15,10

## UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada Staf Dosen FMIPA Unmul dan kepada Kepala Laboratorium Kimia Organik FMIPA Unmul dan Mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Unmul atas bantuan dan dukungan fasilitas hingga selesainya penelitian ini.

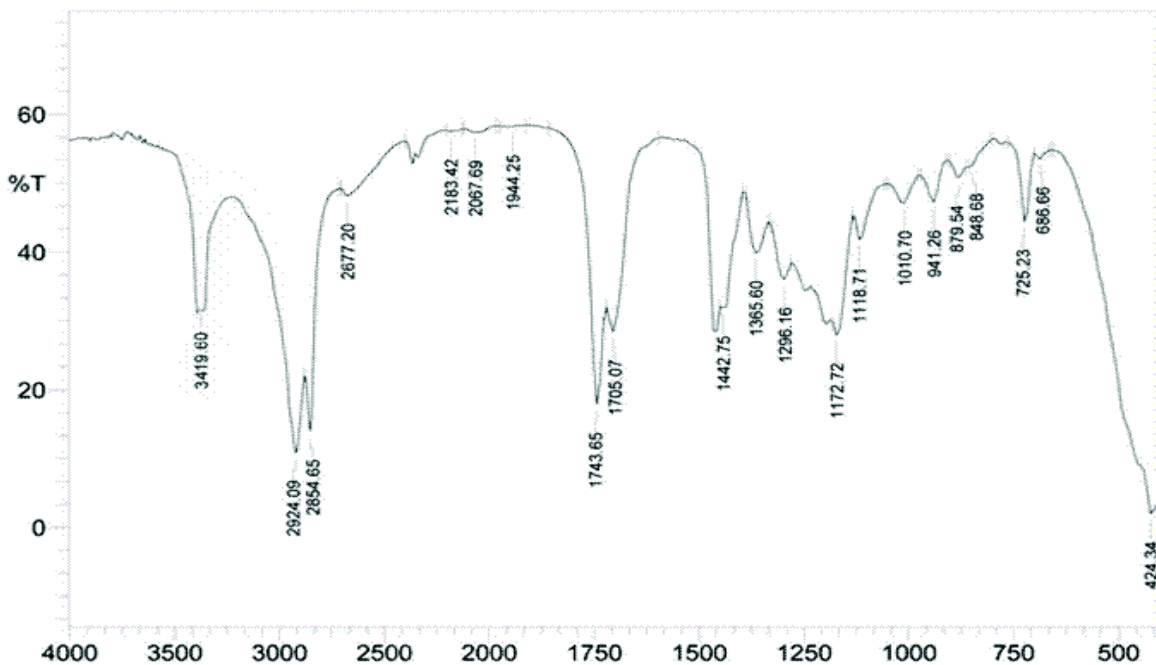
## DAFTAR RUJUKAN

1. Gennaro, R. A. 1990. Rhemington Pharmaceutical Science. 18th Ed., Mack Printing company, Easton, Pennsylvania, USA, 267.
2. Hamilton, R.J.1997. *Esterification And Interesterification*, PORIM. 64, Kuala Lumpur.
3. Hostettmann, K, M. Hostettmann dan A. Masron. 1995. *Cara Kromatografi Preparatif (Penggunaan Pada Isolasi Senyawa Alam)*. Terjemahan Kosasih Padmawinata. Bandung: ITB
4. Mattson,H.F. And Volpenhein, A.R.1962. *Synthesis and Properties of Glycerides*, J.Lipid Research 3 p. 281-295.
5. Purba, R. 2002, *Pembuatan Estergliserida Dari Reaksi Esterifikasi Klorogliserida Dengan Asam Lemak dari Minyak Kedelai*. Universitas Sumatera Utara (USU) Medan.
6. Hartomo, A.J dan M.C. Widiatmoko. 1993. *Emulsi dan Pangan Instant ber-Lesitin*. Yogyakarta: Andi Offset.
7. Hasanuddin, A. 2001. "*Kajian Teknologi Pengolahan Minyak Sawit Mentah Untuk Produksi Emulsifier Mono-Diasilgliserol dan Konsentrat Karotenoid*". Makalah Falsafah Sains IPB.
8. Herlina, Elin. 2008. *Upaya Peningkatan Kelarutan Hidroklortiazida Dengan Penambahan Surfaktan Tween 60*. Skripsi Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Surakarta.
9. Kaban, J. 1998. "*Sintesis Monogliserida dan Digliserida Secara Gliserolisis Dari Stearin Kelapa Sawit*". Jurnal Agrokimia Vol 3(2).
10. Purba, R. 1996. "*Pembuatan Ester Gliserida dari Reaksi Esterifikasi Klorogliserida dengan Asam Lemak dari Minyak Kedelai*". Skripsi Kimia, FMIPA USU Medan.
11. Pusat Penelitian Kimia LIPI. 2006. "*Teknologi Proses : LIPI Manfaatkan Sawit Sebagai Pengganti Petrokimia*". Pusat Penelitian Kimia LIPI Jakarta.
12. Ricard, R.J. 2008. *Sintesis Alkanolamida Campuran Melalui Amidasi Metil Ester Asam Lemak Campuran Minyak Biji Jarak Pagar (Jatropha curcas L.) Dengan Etanolamin*. Skripsi FMIPA UNMUL Samarinda.
13. Silverstein, 1986. *Penyidikan Spektrometri Senyawa Organik*. Jakarta : Erlangga
14. Maag, H., (1984), "*Fatty Acid Derivatives : Important Surfactants for Household, Cosmetic and Industrial Purposes*", *J. Am. Oil. Chem. Soc.*, 61 (2): 259 - 267.
15. Piazza., G. J., Alberto Nuffiez and Thomas A. Foglia., (2003), "*Hydrolysis of Mono- and Diepoxyoctadecanoates by Alumina*", *J. Am. Oil. Chem. Soc.*, 80 (9): 901-904.
16. Piazza, G. J., and Thomas A. Foglia, (2004), "*Synthesis of a fatty Tertahydroxyamide using peroxygenase from oat seeds*", *J. Am. Oil. Chem. Soc.*, 81 (10): 933-937.

**LAMPIRAN**

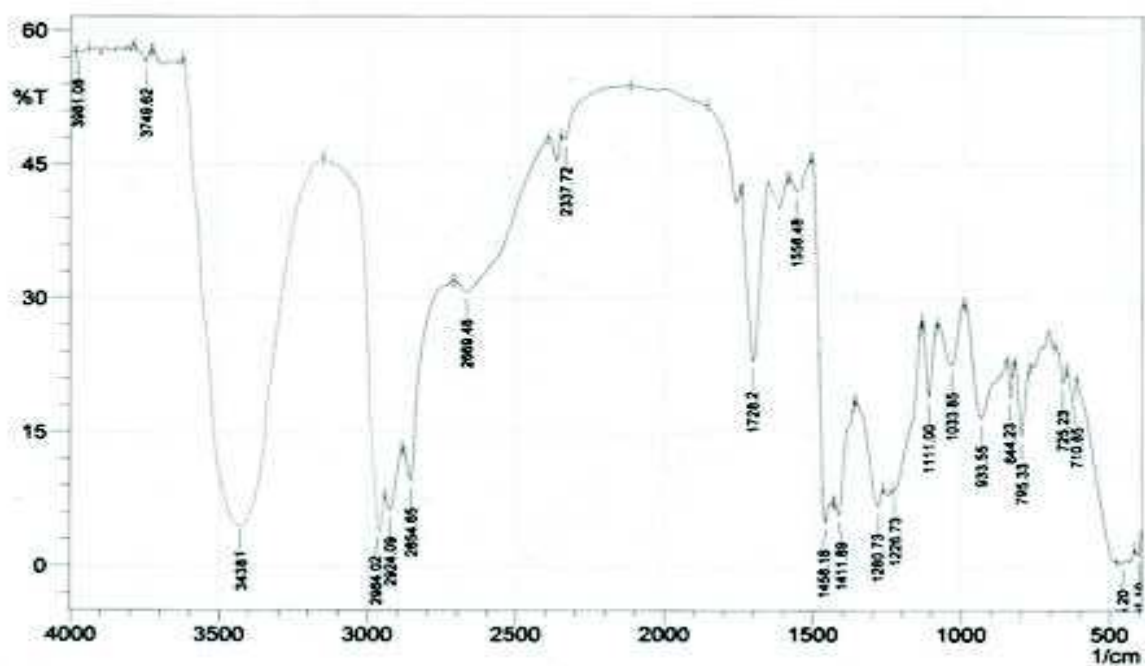
Tabel 1 Hasil KLT dari pemisahan kolom kromatografi.

Fraksi	Vial	RF	Nama Senyawa
A	1-4	-	-
B	5-13	0,91	Metil Kaprat
C	14-16	0,91-0,85	Metil kaprat dan Trikaprilgliserol
D	17-28	0,85	Trikaprilgliserol
E	29-32	0,85-0,78	Trikaprilgliserol dan 1,3 Dikaprilgliserol
F	33-55	0,78	1,3 Dikaprilgliserol
G	56-58	0,78-0,46	1,3 Dikaprilgliserol & 1,2 Dikaprilgliserol
H	59-74	0,46	1,2 Dikaprilgliserol
I	75-78	0,46-0,40	1,2 Dikaprilgliserol & Monokaprilgliserol
J	79-111	0,40	Monokaprilgliserol

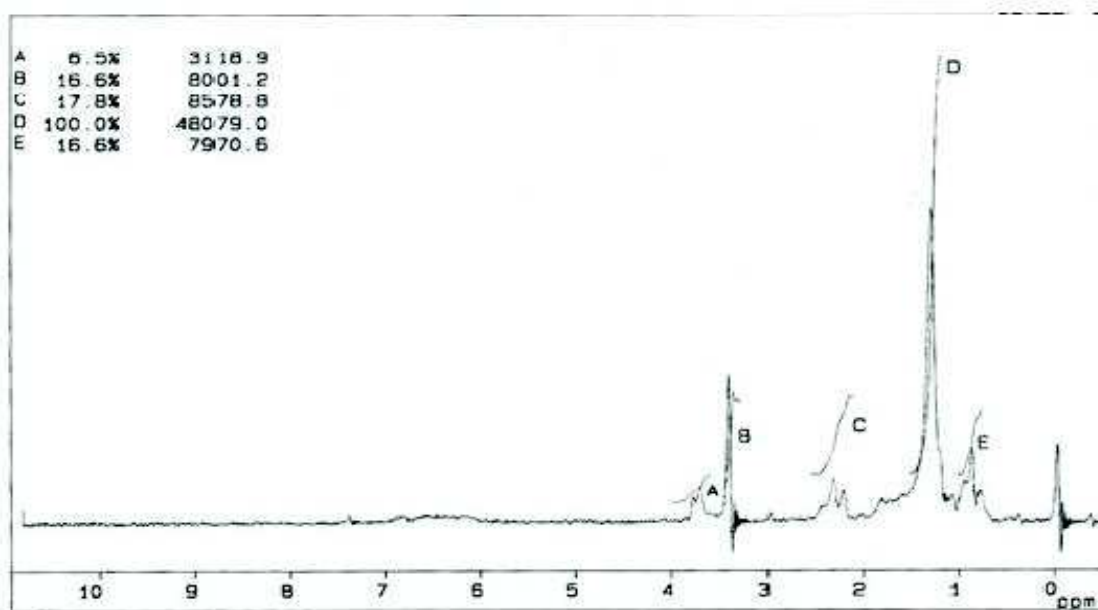


Gambar 1: Spektrum FT-IR dari Monokaprilgliserida





Gambar 2: Spektrum FT IR senyawa 1,3 dikaprilgliserol



Gambar 3: Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  1,3 dikaprilgliserol