



Analisis Karakterisasi Asam Lemak Hidroksamat dari Minyak Goreng Bekas

Muhsinun*

Program Studi Pendidikan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pendidikan Nusantara Global, Indonesia

*Corresponding author email: cinun.chemist@gmail.com

Article Info

Article history:

Received November 12, 2024

Approved December 28, 2024

Keywords:

characterization, synthesis, fatty hydroxamic acid, FHA, used cooking oil

ABSTRACT

Complexes of fatty hydroxamic acids (FHA) with several metal ions have been used in analytical chemistry as reagents for gravimetry, metal spectrophotometry, chelators for rare earth minerals and for extracting metal ions from the aqueous phase. For this reason, it is necessary to synthesize FHA with basic ingredients containing this fatty acid. The source of fatty acids is used cooking oil which has the potential to be used as raw material for FHA synthesis. The aim of this research is the synthesis of FHA from used cooking oil which is carried out by enzymatic means and a characterization analysis of the resulting FHA is carried out. The research stages include the synthesis stage, purification stage and characterization stage. From the research results, it was found that the percentage of FHA synthesis from used cooking oil was 49,40%. The number of hydroxamic acid groups in 1 gram of dry FHA sample is 2,86 mmol. Based on the results of color test analysis with CuSO_4 and FeCl_3 , a complex color that is typical for these two metals with FHA is obtained, namely green and dark red. Meanwhile, from FTIR analysis, a spectrum of the hydroxamic acid functional group was obtained from the FHA sample.

ABSTRAK

Kompleks asam lemak hidroksamat (FHA) dengan beberapa ion logam telah digunakan dalam kimia analitik sebagai reagen untuk gravimetri, spektrofotometri logam, pengkhelet untuk mineral bumi yang langka dan untuk pengekstrak ion-ion logam dari fase air. Untuk itu diperlukan sintesis FHA dengan bahan dasar yang mengandung asam lemak ini. Adapun sumber asam lemak adalah minyak goreng bekas yang berpotensi sebagai bahan baku sintesis FHA. Tujuan dari penelitian ini, yaitu sintesis FHA dari minyak goreng bekas yang dilakukan dengan cara enzimatik dan dilakukan analisa karakterisasi dari FHA yang dihasilkan. Adapun tahapan penelitian meliputi tahap sintesis, tahap pemurnian dan tahap karakterisasi. Dari hasil penelitian diperoleh persentase hasil sintesis FHA dari minyak goreng bekas adalah 49,40%. Jumlah gugus asam hidroksamat dalam 1 gram sampel kering FHA adalah 2,86 mmol. Berdasarkan hasil analisis uji warna dengan CuSO_4 dan FeCl_3 didapatkan warna kompleks yang khas untuk kedua logam tersebut dengan FHA yaitu warna hijau dan merah tua. Sedangkan dari analisis FTIR, didapatkan spektrum gugus fungsi asam hidroksamat dari sampel FHA.

Copyright © 2024, The Author(s).

This is an open access article under the CC-BY-SA license



How to cite: Muhsinun, M. (2024). Analisis Karakterisasi Asam Lemak Hidroksamat dari Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Ilmiah Global Education*, 5(4), 2869-2875. <https://doi.org/10.55681/jige.v5i4.3650>

PENDAHULUAN

Secara umum asam lemak hidroksamat (FHA) disintesis secara kimia dengan prosedur Blatt (Suhendra *et al.*, 2005) dan prosedur Chih (Ho *et al.*, 2006). Pada prosedur Blatt, reaksi antara alkil atau aril ester dengan hidroksilamin menggunakan katalis basa alkali dan dilakukan pada larutan yang dingin. Namun prosedur ini akan menyebabkan terdekomposisinya produk yang diinginkan karena penggunaan basa alkali tersebut (Suhendra *et al.*, 2005). Sedangkan pada prosedur Chih, reaksi antara ester dengan hidroksilamin menggunakan katalis KCN dan dilakukan pada suhu kamar. Namun, untuk senyawa yang mengandung gugus lain yang lebih reaktif pada alkil esternya, maka harus dilakukan proteksi gugus fungsi pada senyawanya (Ho *et al.*, 2006). Sehingga reaksi pada metode ini tidak spesifik.

Salah satu metode terbaik untuk sintesis FHA adalah metode Enzimatis (Suhendra *et al.*, 2005). Pada metode ini digunakan enzim lipase sebagai katalis. Metode ini memiliki kelebihan yaitu spesifik, kondisi reaksi pada suhu kamar dan enantioselektif. Pada metode ini digunakan bahan baku asam lemak yang berasal dari minyak goreng bekas.

Minyak goreng bekas atau yang sehari-hari disebut jelantah, merupakan salah satu sumber polusi apabila dibuang sembarangan. Biasanya minyak goreng bekas diperlakukan sebagai limbah dan harus dibuang pada tempat yang sesuai dengan persyaratan lingkungan. Bila dikonsumsi minyak tersebut juga merupakan sumber gangguan Kesehatan manusia. Untuk menghindari bahaya yang dapat ditimbulkan maka perlu dicari jalan keluar untuk memanfaatkan minyak goreng bekas tersebut. Salah satu caranya adalah dengan mengolahnya melalui proses kimia, dalam hal ini mengubahnya menjadi asam lemak hidroksamat melalui mekanisme reaksi enzimatis.

Bahan baku yang dipilih adalah minyak goreng bekas yang dikoleksi dari penjual gorengan di daerah Mataram. Pertimbangannya karena minyak goreng bekas merupakan minyak nabati yang bukan bahan makanan, murah, dan minyak grade rendah dengan kandungan asam lemak yang tinggi. Minyak goreng bekas dipilih karena tinggi akan kandungan asam lemak rantai sedang maupun panjang (Tahira dan Mutt, 2007). Adanya enzim lipase yang aktif dalam minyak menyebabkan kandungan asam lemak bebas lebih tinggi pada minyak goreng bekas bahkan mencapai lebih dari 60% (Lakkakula *et al.*, 2004), sehingga memiliki potensi sebagai bahan baku sintesis FHA.

Seperti diketahui, FHA yang tersedia di pasaran sekarang hanya merupakan FHA dengan rantai pendek. Sedangkan untuk FHA dengan rantai sedang dan panjang belum ada di pasaran (Ketaren, 2005). Oleh sebab itu, sangat perlu dilakukan sintesis FHA dengan rantai sedang dan panjang. Salah satu sumber asam lemak dengan rantai sedang dan panjang adalah minyak goreng bekas. Minyak goreng bekas memiliki komposisi asam lemak yang hampir sama dengan komposisi asam lemak pada sumber minyak lainnya (Kristina, 2007; Novarianto, 2007; Gervajio, 2005). Sehingga minyak goreng bekas memiliki potensi yang sangat besar sebagai bahan baku untuk sintesis FHA dengan rantai sedang dan panjang. Sehingga, untuk pembuktiannya sangat perlu dilakukan penelitian tentang analisis karakterisasi dari FHA dengan bahan baku dari minyak goreng bekas, dengan harapan nilai ekonomis dari minyak goreng bekas dapat meningkat.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Adapun peralatan yang digunakan dalam penelitian, yaitu semua peralatan dasar dari gelas di laboratorium kimia, magnetic stirrer-pemanas, *magnetic bar*, *water shaker batch*, pompa vakum, timbangan digital, *statif-klem*, pH meter digital, Spektrofotometer FT-IR. Adapun bahan yang digunakan berderajat P.A (Pro Analyze) kecuali yang disebut khusus. Bahan tersebut adalah sebagai berikut: n-heksana, minyak goreng bekas, hidrosilamin hidroklorida, enzim Lipase, buffer asetat, NaOH, HCl, CuSO₄.5H₂O, FeCl₃, Aquades, pH universal Merck dan kertas saring Whatman.

Sintesis FHA

Proses sintesis FHA dari minyak goreng bekas menggunakan mekanisme enzim. Adapun prosedur kerja secara lengkapnya adalah sebagai berikut:

FHA di sintesis berdasarkan metode Suhendra *et al.* (2005). Reaksi pembuatan FHA dilakukan dengan mereaksikan sejumlah minyak goreng bekas dengan hidrosilamin hidroklorida dalam 100 mL pada erlenmeyer yang tertutup dengan bantuan katalis enzim lipase. Campuran kemudian distirrer dengan kecepatan 100 rpm. FHA yang terbentuk diantara lapisan air-heksan, dipisahkan dari air dan lipase dengan filtrasi. Untuk mendapatkan FHA padat, fraksi n-heksana didinginkan dalam pendingin (< 5 °C) selama 5 jam. Kemudian disaring dan dicuci dengan n-heksana beberapa kali dan dikeringkan dalam *vacuum desicator* yang berisi Fosfor pentoksida selama 24 jam.

Pemurnian

FHA yang terbentuk pada lapisan n-heksan-air dipisahkan dari lipase dengan filtrasi vakum pada suhu 65 °C. Fase air yang terdapat di bawah lapisan fraksi n-heksan kemudian dipisahkan dengan corong pisah. Untuk mendapatkan FHA padat, fraksi n-heksan didinginkan dalam *freezer* (<-5 °C) selama 5 jam dan difiltrasi. FHA yang didapat pada kertas saring dicuci dengan n-heksan sebanyak 3 kali dan dikeringkan dalam desikator yang telah diisi dengan fosfor pentaoksida selama 24 jam.

Karakterisasi

a. Analisis kualitatif

Analisis kualitatif gugus asam hidroksamat yang terbentuk dari hasil penghidrosilaminolisisan di atas dilakukan dengan melihat terbentuknya kompleks berwarna setelah larutan metanolik dari FHA tersebut direaksikan dengan besi (III) dan tembaga (II) dalam larutan metanolik FHA. Selain itu, analisis kualitatif dari gugus fungsi asam hidroksamat yang terbentuk dilakukan dengan mengukur spektrum FTIR pada FTIR SHIMADZU dengan menggunakan pelet KBr. Spektrum yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan spektrum FTIR sampel minyak goreng bekas sehingga diperoleh perbedaan spektrum yang menandakan FHA telah berhasil disintesis dari minyak goreng bekas.

b. Analisis Kuantitatif

Analisis kuantitatif dilakukan dengan menentukan jumlah gugus asam hidroksamat yang terbentuk berdasarkan jumlah nitrogen yang terkandung pada FHA kering dengan menggunakan metode Semi Makro Kjeldhal.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Asam Lemak Hidroksamat (FHA)

Pada tahap ini, dilakukan perbanyakkan sintesis FHA dari minyak goreng bekas dengan menggunakan kondisi optimum (Tabel 1) yang telah diperoleh penelitian sebelumnya (Arsiwan, 2010). Perbanyakkan sintesis dilakukan sebanyak 3 kali dengan menggunakan kondisi optimum di bawah ini.

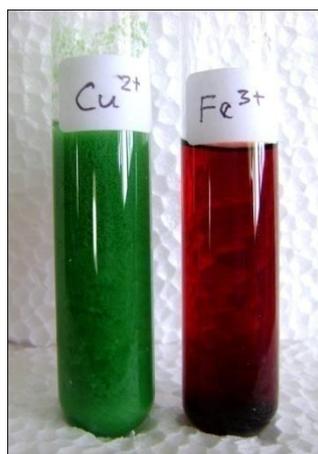
Tabel 1. Kondisi optimum sintesis FHA

Parameter	Kondisi
Waktu reaksi	25 jam
Suhu	35 °C
Perbandingan lipase (gram) : hidrosilamin (mmol)	1 : 500
Perbandingan enzim lipase (gram) : minyak goreng bekas (gram)	1 : 75

Berdasarkan hasil pengamatan, ketika semua reaktan dicampur dalam satu wadah terbentuk dua lapisan dimana lapisan atas merupakan lapisan n-heksan yang mengandung minyak dan lapisan bawah merupakan lapisan air yang mengandung hidrosilamin. 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 (Liauw *et al.*, 2008; Otto, 2000). Setelah proses reaksi selesai, didapatkan warna kedua pelarut menjadi keruh dimana pada lapisan air terbentuk warna keruh kecoklatan, sedangkan pada lapisan n-heksan terbentuk warna keruh keputihan. Pembentukan warna keruh kecoklatan pada lapisan air disebabkan oleh terpecahnya padatan enzim lipase yang berwarna coklat menjadi partikel-partikel kecil yang terdispersi secara merata dalam air, sedangkan terbentuknya warna keruh keputihan pada lapisan n-heksan disebabkan oleh terbentuknya produk baru yaitu FHA yang larut dalam n-heksan. Apabila produk reaksi tersebut dibiarkan mendingin pada suhu kamar, maka pada lapisan n-heksan akan terbentuk produk berwarna putih yang merupakan FHA. Pembentukan produk berwarna putih tersebut disebabkan oleh menurunnya kelarutan FHA dalam n-heksan yang disebabkan oleh turunnya temperatur pada sistem reaksi oleh proses pendinginan (Isha *et al.*, 2007). Dalam hal ini telah dilakukan perbanyakkan (*Scaling Up*) pada sintesis FHA dan diperoleh hasil yang relatif sama, yaitu sekitar 49,40% rendemen.

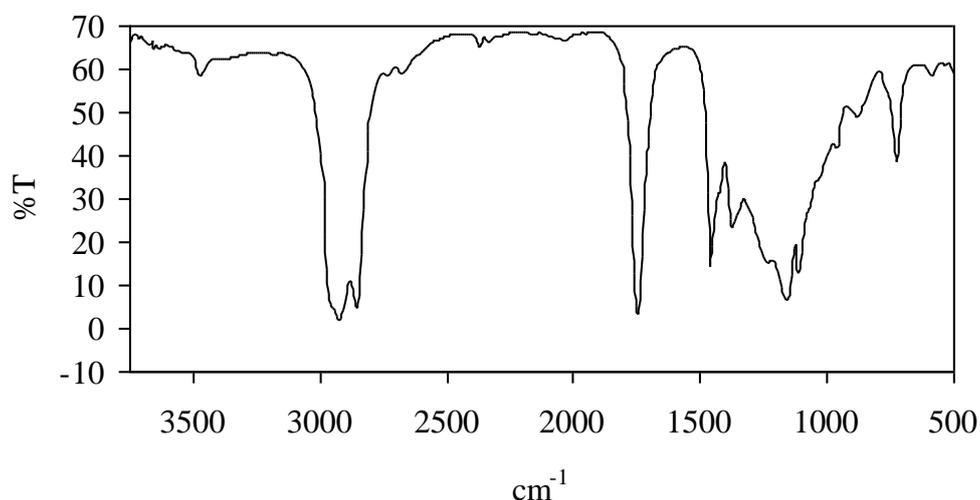
Karakterisasi Asam Lemak Hidroksamat

Kompleks FHA dengan besi (Fe) dan tembaga (Cu) menghasilkan warna merah dan hijau berturut-turut. Ini merupakan warna umum dari kompleks yang dapat diamati ketika ion logam ini bereaksi dengan asam hidroksamat, sesuai dengan penelitian Suhendra *et al.* (2005). Untuk uji warna pada FHA, dilakukan dengan mereaksikan larutan metanolik FHA dengan larutan FeCl₃ 2% dan CuSO₄ 1 M, dimana FHA dengan Fe³⁺ akan membentuk kompleks dengan warna merah tua sedangkan dengan Cu²⁺ membentuk kompleks dengan warna hijau. Warna tersebut merupakan warna umum dari kompleks yang dapat diamati ketika ion logam Fe(III) dan Cu(II) bereaksi dengan FHA, hal ini sesuai dengan penelitian (Haron *et al.* 2012).



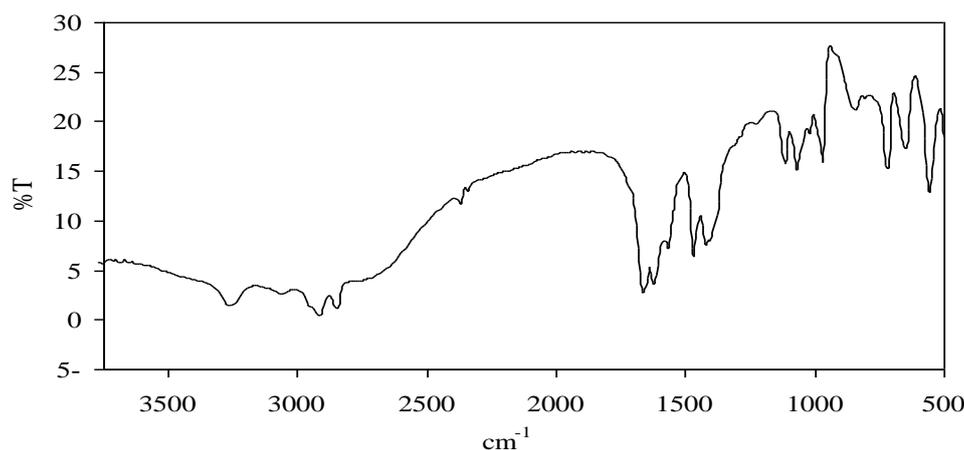
Gambar 1. Warna kompleks Fe³⁺ dan Cu²⁺ larutan metanolik FHA

Untuk karakterisasi lainnya telah dilakukan analisis FTIR dengan membandingkan spektrum FTIR pada minyak goreng bekas dan FHA. Berdasarkan pada hasil pengamatan spektrum FTIR, didapatkan perbedaan spektrum dari kedua sampel seperti dibawah ini.



Gambar 2. Spektrum FTIR minyak goreng bekas.

Dari spektrum FTIR minyak goreng bekas di atas terlihat bahwa pada bilangan gelombang 2924 cm⁻¹ dan 2854 cm⁻¹ terdapat regangan C-H rantai alkil alifatik panjang. Pada bilangan gelombang 1743 cm⁻¹ terdapat satu pita yang dimiliki oleh regangan C=O ester. Jadi dalam struktur trigeliserida pada minyak goreng bekas terdapat gugus fungsi ester. Keberadaan gugus fungsi ester ini menandakan bahwa kandungan asam lemak pada minyak goreng dapat dijadikan bahan dasar untuk sintesis FHA, dimana dengan mereaksikan asam lemak tersebut dengan hidroksilamin hidroklorida maka akan dapat terbentuk gugus asam lemak hidroksamat.



Gambar 3. Spektrum FTIR FHA hasil sintesis dari minyak goreng bekas

Spektrum FTIR dari FHA menunjukkan karakteristik penyerapan ikatan dari gugus amida -NH- pada 3263 cm^{-1} , dan pada bilangan gelombang 3062 cm^{-1} mengindikasikan keberadaan regangan O-H. Penyerapan ikatan gugus C-H stretch dan bending, berturut-turut muncul pada $2846\text{-}2916\text{ cm}^{-1}$ (puncak tajam dan sedang) dan 1024 cm^{-1} . Dari dua tes kualitatif diatas membuktikan bahwa terdapat gugus asam hidroksamat pada FHA yang di sintesis dari minyak goreng bekas.

Analisis kuantitatif FHA yang terbentuk dilakukan dengan penentuan jumlah total N yang terkandung dalam FHA kering dengan menggunakan metode Semi Makro Kjeldahl. Berdasarkan hasil analisis, jumlah total N yang terkandung dalam sampel FHA kering adalah 4,29%. Ini berarti bahwa terdapat 3,04 mmol gugus asam hidroksamat dalam 1 gram sampel FHA kering hasil sintesis dari minyak goreng bekas.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil karakterisasi dan kajian pustaka yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa FHA dapat disintesis dari minyak goreng bekas secara enzimatik dengan persentase rendemen sebesar 49,40%. Dari analisis kuantitatif diperoleh besarnya kandungan Nitrogen yang di representasi oleh gugus asam hidroksamat dalam FHA kering, yaitu sebesar 2,86 mmol/g.

DAFTAR PUSTAKA

- Arsiwan, R. 2010. *Sintesis Asam Lemak Hidroksamik Dari Minyak Kelapa Secara Enzimatis*, Mataram: Universitas Mataram.
- Gervajio, G.C. 2005. *Fatty Acids and derivatives from Coconut Oil*. Jhon Wiley & Sons Inc, New York.
- Haron, M.J., Jahangirian, H., Silong, S., Yusof, N.A., Kassim, A., Moghaddam, R.R., Peyda, M., Abdollahi, Y., Amin, J., Gharayebi, Y. (2012). Copper extraction by fatty hydroxamic acids derivatives synthesized based on palm kernel oil. *J. Oleo Sci*, 61(4), 189-195. <https://doi.org/10.5650/jos.61.189>
- Ho, C.Y. & Stobel, E.D. 2006. *Preparation Of Hydroxamic Acids from Ester in Solution and On the Solid Phase*. USA: United States Patent.
- Isha, A., Yusof, N.A., Ahmad, M., Suhendra, D., Yunus, W.M.Z.W., Zainal, Z. 2007. Optical Fibre Chemical Sensor for Trace Vanadium(V) Determination Based on Newly

- Synthesized Palm Based Fatty Hydroxamic Acid Immobilized in Polyvinyl Chloride Membrane. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. p:1398-1402.
- Ketaren S. 2005. *Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta (ID): UI Press.
- Kristina, N.N. & Syahid, S.F. 2007. Penggunaan Tanaman Kelapa (*Cocos nucifera*), Pinang (*Areca catechu*) dan Aren (*Arenga pinnata*) Sebagai Tanaman Obat. *Warta Puslitbangun*. 13(2).
- Lakkakula, N.R., Lima, M., Walker, T. (2004). Rice bran stabilization and used cooking oil extraction using ohmic heating. *Biores. Tech.*, 92(2), 157-161. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2003.08.010>
- Liau, M.Y., Natan, F.A., Widiyanti, P., Iksari, D., Indraswati, N., Soetaredjo, F. E. 2008. Extraction of Neem Oil (*Azadirachta indica A. Juss*) Using n-Hexane and Ethanol: Studies of Oil Quality, Kinetic and Thermodynamic. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*. p:49-54.
- Novariant, H. & Tulalo, M. 2007. Kandungan Asam Laurat Pada Berbagai Varietas Kelapa Sebagai Bahan Baku VCO. *Jurnal Littri*. p:28-33.
- Otto, S. & Engberts, J.B.F.N. 2000. Diels–Alder reactions in water. *Pure and Applied Chemistry*. p:1365–1372.
- Suhendra, D., Wan Yunus, W.M.Z., Haron, M.J., Basri M., Silong, S. 2005. Enzymatic synthesis of fatty hydroxamic acid from palm oil. *Journal Oleo Science*. 54 (1): 33-38.
- Tahira, R.A., Ata-ur-Rehman, Mutt, M.A. (2007). Characterization of rice bran oil. *J. Agric. Research*, 45(3), 225-230.