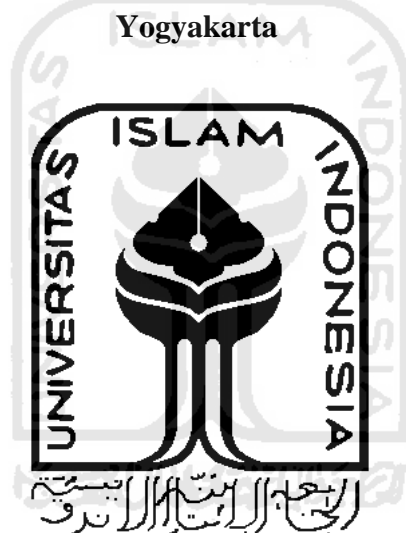


**PENENTUAN KANDUNGAN ASAM LEMAK DALAM TEMPE
BENGUK BIJI DAN TEMPE BENGUK GILING
MENGUNAKAN GC-MS
(*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*)**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Ilmu Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia**

Yogyakarta



Disusun Oleh :

MUH. ARI WIBOWO

No Mhs : 04612017

JURUSAN ILMU KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

JOGJAKARTA

2011

**PENENTUAN KANDUNGAN ASAM LEMAK DALAM TEMPE
BENGUK BIJI DAN TEMPE BENGUK GILING
MENGUNAKAN GC-MS
(Gas Chromatography-Mass Spectrometry)**

Oleh :

Muh Ari Wibowo

04612017

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Juruan Ilmu Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Yogyakarta

Tanggal : 28 Maret 2011

Dewan Penguji

Tanda Tangan

1. Riyanto, M.Si., Ph.D.
2. Dr. Is Fatimah, M.Si.
3. Tatang Shabur Julianto, M.Si.
4. Dwiwarso Rubiyanto, M.Si.



Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia



Yandi Syakri, S.Si, M.Si, Apt

MOTTO

Emasmu adalah agamamu..Perhiasanmu adalah
budi pekertimu..Hartamu adalah sopan santunmu..

(DR. Aidh Al-Qarni)

***Hidup adalah mimpi, mimpi akan menjadi kenyataan jika kita mau
berusaha untuk mewujudkannya. Bermimpilah dan raihlah mimpimu
dengan usaha dan do'a.***

Orang sukses lebih banyak gagal daripada orang gagal

*Orang sukses berparadigma lebih baik mencoba lalu gagal
daripada gagal mencoba*

*Orang sukses melihat peluang didalam masalah
bukan melihat masalah dalam peluang*

Orang sukses mampu menjadi bukti dan tidak menunggu bukti

Orang sukses lebih baik menunggu daripada selalu ditunggu

Orang sukses senantiasa melihat pemecahan dari setiap masalah

bukan melihat masalah dan tanpa pemecahannya

BerUsaha Tanpa Do'a itu SOMBONG

BerDo'a Tanpa Usaha itu BOHONG

HALAMAN PERSEMBAHAN

Sebuah karya kecil sebagai ungkapan cinta, hormat dan hatiku untuk orang-orang tercinta, dengan kesederhaan dan kerendahan hati, karya

ini kupersembahkan untuk :

- *“Allah SWT, Terima kasih atas rahmat dan ridha-Mu akhirnya saya dapat menyelesaikan skripsi ini”.*
- *Ayah dan Ibuku*
“ Terimakasih untuk kepercayaan, untuk kasih sayang, untuk cinta, dan untuk ketulusan (tetesan air mata,keringat, dan perih hati) untuk kebaikan dan keberhasilan putramu ini”.
- *Kakakku yang telah memberikan cinta, kasih sayang, support dan pengertiannya.*
- *Buat PonakanQ, Tikha, shyla, Bintang n Deva,sekolah yang rajin y biar jadi anak yang pinter n sholeh,jangan Nakal y...*
- *Buat adik Qu Lya Faqih Ilmawati yang selalu sabar ngadepin aku, selalu kasih support aku, selalu sayang cinta sama aku”.*

Dukungan, doa, dan pengorbanan kalian adalah bagian dari semua ini

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum wr.wb.

Segala puji bagi Allah SWT yang telah melimpahkan berkah, rahmat dan hidayahNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan baik yang berjudul **“PENENTUAN KANDUNGAN ASAM LEMAK DALAM TEMPE BENGUK BIJI DAN TEMPE BENGUK GILING MENGGUNAKAN GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*)”**. Sholawat serta salam semoga selalu terlimpahkan pada junjungan Nabi Besar Muhammad SAW, keluarga, sahabat, ulama, dan para pengikutnya, yang senantiasa mengikuti ajaran dan risalahNya.

Skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk menempuh jenjang gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Ilmu Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.

Dalam rangka penyusunan skripsi ini, penulis mendapat banyak bantuan, arahan, motivasi serta bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada :

1. Allah SWT, karena selalu mencurahkan rahmat, dan karuniaNya kepadaku dan selalu mengiringi setiap langkah dan kebesaranNya.
2. Bapak Yandi Syukri, S.Si.,M.Si.,Apt., Selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam-Universitas Islam Indonesia.

3. Bapak Riyanto, M.Si., Ph.D, Selaku Ketua Jurusan Ilmu Kimia yang telah memberikan banyak motivasi serta saran untuk penyempurnaan skripsi ini.
4. Bapak Tatang Shabur Julianto, M.Si., Selaku Pembimbing I yang telah memberikan pengarahannya, bimbingan dan saran selama melaksanakan penelitian.
5. Bapak Dwiarso Rubiyanto, M.Si., Selaku Pembimbing II yang dengan sabar membimbing, memotivasi dan memberikan banyak arahan dan saran.
6. Bapak dan Ibu tercinta serta kakakku yang selalu mendo'akan untuk kemudahan jalan dan kesuksesanku.
7. Seseorang, yang selalu mendo'akan aku serta memberikan dukungan, spirit, kasih sayang serta cinta dan pengertiannya.
8. Seluruh Staff dan Karyawan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam-Universitas Islam Indonesia yang telah membantu atas selesainya skripsi ini.
9. Seluruh Mahasiswa Fakultas MIPA khususnya Jurusan Ilmu Kimia yang telah memberikan usulan serta sumbangsuhnya demi selesainya skripsi ini.
10. Semua pihak yang telah membantu penulis dalam melaksanakan dan menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak kekurangan dan jauh dari sempurna baik dalam konsep penyajian maupun penulisannya. Tetapi dengan dorongan dan bimbingan dari berbagai pihak, penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Untuk itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi kesempurnaan skripsi ini.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak dan menjadi amal kebaikan didunia maupun akherat.

Yogyakarta, Maret 2011

Penulis



DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Halaman Pengesahan	ii
Motto	iii
Halaman persembahan	iv
Kata Pengantar	v
Daftar Isi	viii
Daftar Gambar	xi
Daftar Tabel	xii
Intisari	xiii
Abstract	xiv

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA..... 4

BAB III DASAR TEORI

3.1 Tumbuhan Koro benguk (<i>Mucuna Pruriens</i> , DC)	
3.1.1 Tinjauan Umum	6

3.1.2 Kegunaan Koro Benuk.....	8
3.1.3 Kandungan Gizi Koro Benu.....	9
3.1.4 Tempe Benuk.....	10
3.1.5 Perubahan Kimiawi Selama Fermentasi Tempe Benuk	10
3.2 Uraian Tentang Lemak dan Asam Lemak	
3.2.1 Lemak.....	11
3.2.2 Asam Lemak.....	11
3.2.2.1 Asam Lemak Jenuh.....	13
3.2.2.2 Asama Lemak Tak Jenuh.....	14
3.3 Cara-Cara Isolasi Minyak/Lemak	
3.3.1 Pengepresan Mekanis.....	16
3.3.2 Rendering.....	16
3.3.3 Ekstraksi dengan Pelarut Organik.....	17
3.3.4 Ekstraksi.....	18
3.3.5 Transesterifikasi.....	19
3.4 Kromatografi Gas.....	21
3.5 Kromatografi Gas – Spectrometer Massa.....	24
3.6 Hipotesis.....	27

BAB IV METODELOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1 Alat yang digunakan..... 28

4.1.2 Bahan yang digunakan..... 28

4.2 Cara Kerja

4.2.1 Preparasi Bahan..... 29

4.2.2 Ekstraksi Minyak..... 29

4.2.3 Transesterifikasi..... 30

4.2.4 Analisis Metil Ester Asam Lemak dengan GC-MS.... 30

BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Preparasi Sampel..... 31

5.2 Ekstraksi Minyak..... 32

5.3 Transesterifikasi..... 34

5.4 Analisis metil ester dengan GC-MS..... 39

BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan..... 42

6.2 Saran..... 42

Daftar Pustaka

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Tumbuhan koro Benguk.....	6
Gambar 2. Spektrometer Massa.....	24
Gambar 3. Minyak Tempe Benguk.....	37
Gambar 4. Metil Ester.....	37
Gambar 5. Senyawa yang ada dalam kolom.....	40



DAFTAR TABEL

Tabel 1. Umur panen dan Biji Koro benguk.....	7
Tabel 2. Kandungan Kimiawi Kedelai, Koro Benguk, Tempe Kedelai dan Tempe Benguk (% Berat kering).....	9
Tabel 3. Kandungan Gizi Empat Jenis Koro dibanding Kedelai.....	9
Tabel 3. Klasifikasi Asam Lemak dan Panjang Rantai.....	11
Tabel 4. Titik Didih Asam Lemak dan Metil Ester.....	12
Tabel 5. Kadar Minyak Tempe benguk Biji.....	32
Tabel 6. Kadar Minyak Tempe benguk Giling.....	33
Tabel 7. Tabel Hasil Analisis Metil Ester Dalam Tempe Benguk.....	38

**PENENTUAN KANDUNGAN ASAM LEMAK DALAM TEMPE
BENGUK BIJI DAN TEMPE BENGUK GILING
MENGUNAKAN GC-MS
(*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*)**

Oleh :

Muh Ari Wibowo

04612017

Intisari

Telah dilakukan penelitian tentang penentuan kandungan asam lemak dalam tempe benguk biji dan tempe benguk giling menggunakan GC-MS. Proses transesterifikasi dilakukan dengan mereaksikan minyak tempe benguk dengan methanol dengan katalis KOH. Proses transesterifikasi dilakukan dengan menggunakan rasio mol minyak tempe benguk : methanol yaitu 1:12 dengan asumsi bahwa minyak tempe benguk didominasi oleh oleat,oleat,linoleat. Campuran direfluk pada temperature 65°C dengan pengadukan yang dijaga konstan selama 2 jam. Metil ester yang dihasilkan dianalisis dengan GC-MS.

Hasil penelitian bahwa senyawa yang tidak lazim dalam minyak nabati, hal ini disebabkan dalam kolom terjadi bleeding.

Kata kunci : transesterifikasi, minyak tempe benguk, KOH, GC-MS.

**DETERMINING OF FAT CONTENT AT SEED KORO BENGUK
TEMPE AND TEMPE KORO BENGUK MILL
MAKE USE GC-MS
(Gas Chromatography-Mass Spectrometry)**

By :

Muh Ari Wibowo

04612017

ABSTRACT

The research dilakukan penelitian tentang penentuan kandungan asam lemak dalam tempe benguk biji dan tempe benguk giling menggunakan GC-MS. Proses transesterifikasi dilakukan dengan mereaksikan minyak tempe benguk dengan methanol dengan katalis KOH. Proses transesterifikasi dilakukan dengan menggunakan rasio mol minyak tempe benguk : methanol yaitu 1:12 dengan asumsi bahwa minyak tempe benguk didominasi oleh oleat,oleat,linoleat. Campuran direfluk pada temperature 65°C dengan pengadukan yang dijaga konstan selama 2 jam. Metil ester yang dihasilkan dianalisis dengan GC-MS.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa metil ester

Kata kunci : *transesterification, mucuna pruriens oil, KOH, GC-MS.*

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak atau lemak merupakan unsur makanan yang sangat penting dalam tubuh, tidak hanya nilai kalorinya yang tinggi tetapi juga karena bermanfaat bagi pelarut vitamin-vitamin dalam tubuh makhluk hidup seperti vitamin A, D, E dan K. Selain digunakan sebagai bahan makanan, minyak atau lemak juga berfungsi sebagai bahan pembuat sabun, bahan kosmetik, bahan pelarut, bahan pelumas (misalnya minyak jarak), obat-obatan (minyak ikan), dan sebagai pengkilap cat (terutama yang berasal dari golongan minyak mengering).

Minyak atau lemak terdapat hampir disemua bahan pangan dengan kandungan yang berbeda-beda susunan asam lemak maupun kadarnya. Tetapi minyak atau lemak sering kali ditambahkan pada bahan makanan, lemak atau minyak berfungsi sebagai media pengantar panas seperti minyak goreng, *shortening* (Mentega putih), mentega dan margarin. Di samping itu penambahan minyak atau lemak dimaksudkan untuk menambah kalori serta memperbaiki tekstur dan cita rasa bahan pangan seperti pada kembang gula, pembuatan kue-kue dan lain-lain.

Minyak atau lemak yang dapat dimakan (*edible fat*) dapat dihasilkan oleh atom baik yang bersumber dari bahan nabati ataupun hewani. Lemak hewani pada umumnya mengandung banyak sterol yang disebut kolesterol, sedangkan minyak nabati mengandung fitosterol dan lebih banyak asam tak jenuh. Adanya kolesterol

dalam lemak hewani dapat menimbulkan berbagai macam penyakit. Sebagai alternatif untuk menekan jumlah kolesterol yang terdapat dalam lemak hewani tersebut dapat digunakan minyak yang berasal dari tumbuh-tumbuhan, yaitu minyak nabati yang berisi asam lemak tak jenuh.

Minyak nabati merupakan sumber asam lemak esensial seperti asam oleat, asam linoleat, asam linolenat dan asam arakhidronat semakin banyak diminati masyarakat dibandingkan minyak hewani. Hal tersebut disebabkan oleh asam-asam lemak esensial yang ada dalam lemak nabati yang dapat mencegah timbulnya gejala *arterosclerosis* yaitu penyempitan pembuluh darah (Winarno, 1984)

Tempe adalah salah satu makanan tradisional Indonesia yang dibuat dari kedelai melalui proses fermentasi kapang, terutama *Rhizopus oligosporus* (Hoppe, 1995). Di Indonesia terdapat beberapa jenis tempe tergantung dari bahan baku yang digunakan, salah satunya adalah tempe benguk yang terbuat dari bahan kacang koro benguk.

Dalam penelitian ini perbandingan kandungan lemak pada tempe benguk biji dan tempe benguk giling menggunakan metode sokhetasi, transesterifikasi dan dianalisis menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*) (Sudarmaji 1977 dan Kasmidjo 1986). Adapun analisis dilakukan berdasarkan variasi waktu fermentasi 0, 24, 48 jam yaitu untuk mengetahui waktu fermentasi di mana terdapat kandungan lemak paling tinggi dalam tempe benguk.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana perbandingan kandungan asam lemak antara tempe benguk biji dengan tempe benguk giling?
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu fermentasi terhadap kandungan asam lemak tempe benguk biji dengan tempe benguk giling?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui perbandingan kandungan asam lemak antara tempe benguk biji dengan tempe benguk giling.
2. Mengetahui pengaruh variasi waktu fermentasi terhadap kandungan asam lemak tempe biji kacang koro benguk dengan tempe giling kacang koro benguk.

1.4 Manfaat Penelitian

Dengan adanya penelitian ini diharapkan :

1. Dapat diketahui perbandingan kandungan lemak antara tempe benguk biji dengan tempe benguk giling dan dapat diketahui pengaruh variasi waktu fermentasi diharapkan dapat dapat memberikan manfaat bagi ilmu pengetahuan.
2. Dapat meningkatkan nilai ekonomis dari koro benguk dengan memanfaatkan sebagai bahan makanan yang dapat dikonsumsi dan dipasarkan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Minyak atau lemak merupakan zat makanan yang memegang peranan penting dalam menjaga kesehatan tubuh manusia. Sebagaimana diketahui minyak atau lemak memberikan energi kepada tubuh manusia sebanyak 9 kkal tiap gram minyak atau lemak, sedangkan karbohidrat dan protein hanya menghasilkan 4 kkal tiap gram (Winarno, 1984).

Minyak atau lemak bersama-sama dengan protein, karbohidrat dan air merupakan konstituen utama dalam bahan pangan. Zat-zat tersebut mempunyai fungsi masing-masing, protein dibutuhkan terutama untuk pertumbuhan dan untuk memperbaiki jaringan-jaringan tubuh yang rusak. Karbohidrat dan lemak merupakan sumber energi dalam tubuh manusia, sedangkan beberapa macam garam-garam mineral dan vitamin juga merupakan faktor yang penting dalam kelangsungan hidup (Ketaren, 1986).

Hampir semua bahan makanan mengandung minyak atau lemak, terutama yang berasal dari hewan. Lemak dalam jaringan hewan terdapat dalam jaringan adiposa dan tulang sum-sum. Sedangkan minyak nabati yang berasal dari tanaman terdapat dalam buah-buahan, akar tanaman dan sayur-sayuran (Ketaren, 1986).

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Tumbuhan Koro Benguk (*Mucuna Pruriens*, DC)

3.1.1 Tinjauan Umum

Penduduk mengenal biji *Mucuna Pruriens*, Dc sebagai koro benguk. Koro benguk merupakan semak membelit berumur satu tahun dengan panjang 2 - 10 M. Anak daun bulat atau belah ketupat dengan pangkal tumpul, dengan ujung dari kedua tulang daun. Kedua belah sisi berambut abu-abu. Tandan bunga menggantung duduk diketiak. Tabung kelopak berbentuk lonceng dengan tinggi kurang lebih 6 mm. Gigi bawah lebih panjang 2,0 - 2,5 cm pada pangkal dengan telinga yang terlipat. Panjang sayap 3,5 - 4,0 cm. Tunas mempunyai pajang 3,5 - 4,5 cm dengan paruh yang lebih keras. benang sari gundul dengan berselang seling panjang dan pendek. Polongan tebal mempunyai panjang 5 - 10 cm, tanpa sayap dengan 4 rusuk pada kedua tiap katup, rusuk membujur, dua darinya berada ditepi, berbiji 4 - 7 buah. Kelopak dan polongan mempunyai rambut gatal (miang), coklat, panjang kaku, yang menyebabkan rasa gatal sekali, karena dengan ujungnya yang berbentuk jarum lancip menyebabkan iritasi pada kulit (Steenis, 1992).

Taksonomi tumbuhan koro benguk adalah sebagai berikut :

- Divisio : *Spermatophyta*
Sub Divisio : *Angiospermae*
Kelas : *Dicotyledoneae*
Ordo : *Rosales*
Family : *Leguminoceae papilionaceae*
Genus : *Mucuna*
Spesies : *Mucuna Pruriens*

Gambar 1. Tumbuhan koro benguk :



Kacang koro benguk biasanya berbunga dan berbuah pada bulan desember-juli dan dapat tumbuh atau ditanam pada ketinggian 1700 m dari permukaan air laut. Tanaman ini biasanya ditanam pada pekarangan sebagai tanaman pagar maupun ditanam ditegal sebagai tanaman sela. Tanaman ini tidak membutuhkan

pemeliharaan yang khusus dan dapat bertahan pada daerah yang kering atau tanah yang kurang subur. Daerah yang dikenal sebagai penghasil biji koro benguk adalah Wonogiri, Gunung Kidul dan Kulon Progo (Zilliken, 1987).

Ada beberapa koro benguk yang dibedakan dari warna kulit bijinya yaitu putih, putih kusam berlirik an hitam. Keempat macam varietas tersebut menghasilkan produksi biji dan umur panen yang berbeda, seperti disajikan pada tabel 3.

Tabel 1. Umur Panen dan Biji Kacang Koro Benguk

Jenis Koro Benguk	Umur (hari)	Produksi Biji (ton/Ha)
Varietas putih	125	2,97
Varietas belirik	125	2,71
Varietas putih kusam	140	2,37
Varietas Hitam	150	2,45

3.1.2 Kegunaan Koro Benguk

Tanaman koro benguk dapat menyuburkan tanah karena dapat menfiksasi nitrogen dan merupakan tanaman penutup tanah yang baik serta mempunyai perakaran yang dalam sehingga dapat menyerap unsur hara yang melindungi dari bahaya erosi.

Koro benguk merupakan tanaman multi guna yaitu sebagai penghasil bahan pangan karena biji koro benguk dapat diolah menjadi produk bahan pangan yang aman seperti tempe dan kecap, tahu ,dan tepung sebagai bahan pembuat kue-kue. Manfaat lainnya yang tidak kalah pentingnya adalah merupakan bahan pakan yang potensial bagi ternak sapi potong dan sapi perah.

3.1.3 Kandungan Gizi Koro Benguk

Biji koro benguk mengandung protein cukup tinggi. Meskipun kandungan proteinnya lebih rendah dibandingkan dengan kedelai, tetapi kandungan karbohidrat dan seratnya lebih tinggi. Selain itu koro benguk mempunyai kandungan lemak yang lebih rendah dibandingkan dengan kedelai sehingga koro benguk dapat dimanfaatkan sebagai bahan makanan yang aman. Perbandingan gizi koro benguk dengan kedelai serta produk tempenya disajikan pada tabel 4.

Tabel 2. Kandungan Kimiawi Kedelai, Koro Benguk, Tempe Kedelai dan Tempe Benguk (% Berat kering)

Kacang-kacangan	Protein	Lemak	Karbohidrat	Serat	Abu
Kedelai					
- Biji	46,3	19,1	28,5	3,7	6,3
- Tempe	45,9	18,3	32,8	5,9	2,8
Koro benguk					
- Biji	33,8	7,3	50,1	7,3	3,4
- Tempe	31,5	4,3	58,1	9,1	3,0

Sumber : Handayani et. all.,1990

3.1.4 Tempe Benguk

Tempe adalah salah satu makanan tradisional Indonesia yang dibuat dari kedelai melalui proses fermentasi kapang, terutama *Rhizopus oligosporus* (Hoppe, 1995). Di Indonesia terdapat beberapa jenis tempe tergantung dari bahan baku yang digunakan, salah satunya adalah tempe benguk yang terbuat dari bahan kacang koro benguk.

Pembuatan tempe benguk di beberapa daerah tertentu telah lazim dilakukan, namun masih dimanfaatkan hanya untuk kepentingan pribadi atau merupakan usaha keluarga secara kecil-kecilan.

3.1.5 Perubahan Kimiawi Selama Fermentasi Tempe Benguk

Perubahan selama fermentasi akibat adanya degradasi beberapa polimer mengakibatkan naiknya kandungan bahan padat terlarut. Kadar nitrogen total relatif konstan selama fermentasi, tetapi kadar nitrogen terlarutnya naik dari 0,5% - 2,5%. Kandungan beberapa asam amino mengalami kenaikan dan beberapa yang lainnya mengalami penurunan, lisin dan metionin turun sampai 2,5% dan 10% setelah mengalami fermentasi selama 60 jam. Sedangkan kandungan triptofan dan alanin naik 20%. Asam amino bebas naik selama fermentasi. Peristiwa deaminasi senyawa protein dapat mengakibatkan naiknya pH selama fermentasi, pH dapat naik dari 5 menjadi di atas 7 dan adanya amonia bebas dapat dideteksi pada tempe dengan waktu fermentasi berlebih. Sedangkan kandungan gula mengalami penurunan yang cepat. Asam lemak tertentu linoleat, asam palmitat, asam oleat akan dibebaskan selama fermentasi jamur yang berperan dalam fermentasi tempe mempunyai aktivitas lipolitik yang kuat dan dapat menghidrolisa lebih dari sepertiga lemak netral setelah fermentasi 72 jam pada suhu 37⁰C (Rahayu, 1993).

3.2 Uraian Tentang Lemak dan Asam Lemak

3.2.1 Lemak

Lemak disebut juga trigliserida yang berarti "Triester dari gliserol" (Fessenden, 1995). Trigliserida merupakan hasil reaksi dari satu molekul gliserol dengan tiga molekul asam lemak yang membentuk satu molekul trigliserida dan tiga molekul asam air.

Jika ketiga molekul molekul asam lemak itu identik ($R_1=R_2=R_3$) maka hasilnya merupakan Trigliserida sederhana, tetapi jika ketiga molekul asam itu berbeda ($R_1\neq R_2\neq R_3$) maka dihasilkan trigliserida campuran. Lemak yang terdapat dalam merupakan trigliserida campuran.

Perbedaan antara lemak dan minyak berdasarkan pada kenampakan, yaitu pada temperatur kamar lemak berbentuk padat dan minyak berbentuk cair. Sebagian besar gliserida pada hewan berupa lemak, sedangkan gliserida pada tumbuhan cenderung berupa minyak, karena itu bisa terdengar ungkapan lemak hewani dan lemak nabati (Fessenden, 1995).

3.2.2 Asam Lemak

Asam lemak umumnya mempunyai rantai karbon panjang dengan rumus umum $RCOOH$, dimana R adalah rantai karbon yang jenuh atau tak jenuh dan umumnya terdiri dari 2-24 buah atom karbon (Poedjiadi, 1994). Fennema (1976) mengatakan bahwa asam-asam lemak jenuh dengan jumlah atom karbon lebih dari 24 agak jarang ditemukan dalam trigliserida, melainkan lebih banyak dijumpai dalam lilin.

Asam lemak mempunyai gugus karboksilat tunggal dan rantai hidrokarbon non polar yang menyebabkan lemak tak larut dalam air (Lehninger, 1982). Klasifikasi asam lemak menurut panjang rantai dan jumlah atom karbonnya disajikan dalam tabel 5 berikut ini:

Tabel 3. Klasifikasi Asam Lemak Menurut Panjang Rantai

Tipe	Jumlah atom karbon
Rantai Pendek	4 – 6
Rantai Sedang	8 – 10
Rantai Panjang	12 – 26

Asam lemak dengan jumlah atom karbon 12 - 24 biasanya akan ditemukan sebagai asam-asam lemak dengan jumlah atom karbon berjumlah genap. Selain itu juga ditemukan juga asam-asam lemak dengan jumlah atom karbon ganjil. Asam-asam lemak dengan atom karbon ganjil dapat ditemukan pada lemak-lemak hewani tertentu ($C_7 - C_{23}$), lemak-lemak ikan ($C_{13} - C_{19}$), ataupun lemak sayuran ($C_9 - C_{23}$) (Fennema, 1976).

Berdasarkan ada tidaknya ikatan rangkap yang dikandung asam lemak, maka asam lemak dibagi menjadi :

3.2.2.1 Asam Lemak Jenuh

Asam lemak jenuh adalah asam lemak yang rantai karbonnya tidak mengandung ikatan rangkap. Asam lemak jenuh mempunyai formula umum ($C_nH_{2n}O_2$). Asam lemak jenuh banyak dijumpai pada lemak binatang (lemak hewani), Asam Palmitat (C_{16}), Asam Stearat(C_{18}).

Berdasarkan hasil penelitian, asam lemak jenuh disinyalir bersifat *aterogenik* penyebab terjadinya *artherosclerosis* penyempitan pembuluh darah yang disebabkan karena tertumpuknya kolesterol pada pembuluh darah (Wuryastuti, 1991). Titik didih asam lemak jenuh naik sesuai dengan kenaikan jumlah atom penyusunnya. Pada asam lemak dengan jumlah atom karbon yang sama. Titik didih asam lemak jenuh lebih tinggi dibandingkan titik didih asam lemak tak jenuh. Titik didih beberapa asam lemak dan metil esternya diberikan oleh kirscheunbouor (1960) pada tabel 5.

Tabel 4. Titik Didih Beberapa Asam Lemak dan Metil Ester

No	Asam Lemak	Jumlah Atom C	Td/P (°C/cmHg)	Td Metil Ester
1	Asam Laurat	12,0	130/1	100/1
2	Asam Miristat	14,0	199/1	114/1
3	Asam Miristoleat	14,1	-	108-109/1
4	Asam Palmitat	16,0	167/1	136/1
5	Asam Stearat	18,0	184/1	156/1
6	Asam Oleat	18,1	208-210/10	-
7	Asam Linoleat	18,2	202/1,4	149,5/1
8	Asam Linolenat	18,3	167-168/0,001	184/4
9	Asam Arakhidronat	20,4	204/1	-

3.2.2.2 Asam Lemak Tak Jenuh

Asam lemak tak jenuh adalah asam lemak yang rantai karbonnya mengandung satu atau lebih ikatan rangkap. Oleh karena itu asam lemak masih dapat dibedakan menjadi 2 yaitu :

1. *Asam lemak jenuh tunggal (monoenoat)*

Yaitu asam lemak yang mempunyai 1 ikatan rangkap antara 2 atom C dan kehilangan 2 atom H. contoh asam lemak tak jenuh tunggal yang penting adalah asam lemak esensial yang sering disebut sebagai lemak ω -9

2. *Asam lemak tak jenuh poly*

Yaitu asam lemak dengan lebih dari 1 ikatan rangkap, yang disebut Poly Unsaturated Fatty Acid (PUFA). Contoh asam lemak tak jenuh poly adalah asam linoleat (ω -6), asam linolenat (ω -3), dan asam arakhidonat (ω -6). Hampir semua asam lemak tak jenuh poly merupakan asam lemak esensial (Wuryastuti, 1991).

Asam lemak esensial, yaitu asam lemak yang sangat dibutuhkan akan tetapi tidak dapat disintesis oleh tubuh dan hanya bisa didapatkan melalui makanan yang masuk dalam tubuh kita. Diperkirakan orang dewasa membutuhkan minimal 1-2% dari kalorinya dalam bentuk asam lemak esensial. Asam lemak esensial sangat penting dalam menjaga pertumbuhan normal, menjaga keseimbangan hormon-hormon dan merupakan komponen yang penting dalam sel membran. Kekurangan asam lemak esensial pada orang dewasa akan menyebabkan dermatitis, kulit menjadi kering terutama pada bagian muka, penyakit jantung dan liver (Mead, 1980)

Asam lemak esensial sering dibedakan berdasarkan lokasi ikatan rangkap yang terhitung mulai karbon ujung CH₃/karbon omega (ω), asam arakhidonat, asam linoleat merupakan asam lemak ω -6, meskipun asam arakhidonat mempunyai 4 ikatan rangkap yang semuanya dalam konfigurasi cis, sedangkan asam linoleat hanya mempunyai 2 ikatan rangkap (Wuryastuti, 1991)

Asam lemak dalam hewan dan tumbuhan umumnya mengandung atom karbon genap antara 14 - 22, dan yang terbanyak asam lemak yang mengandung 16/18 atom karbon (Harper, 1974). Asam lemak tersebut bisa asam lemak jenuh misalnya asam palmitat dan asam stearat. Sedangkan asam lemak tak jenuh misalnya asam oleat (asam 9-oktadekanoat), asam linoeat (asam 9,12,1-oktadekadionat). Asam linoleat (9,12,15-oktadekatrienoat) dan asam arakhidonat (asam 5,8,11,14-eikosatetraenoat) (Winarno, 1984)

Beberapa asam lemak esensial yang saat ini banyak dikenal antara lain asam lemak ω -3 PUFA (asam lemak tak jenuh poli ω -3) yang terdapat banyak pada lemak ikan dan berperan dalam perkembangan otak dan syaraf mata. Asam-asam lemak esensial yang termasuk dalam asam lemak ω -3 antara lain asam eikosapentanoat (EHA), asam dekoheksanoat (DHA), dan asam linoleat. Selain itu asam lemak Omega-6 (ω -6) PUFA yang berperan dalam pembentukan prostaglandin, yaitu zat pembangun hormon yang disekresi untuk bekerja dalam waktu singkat untuk jaringan sekitarnya. Asam-asam lemak esensial yang termasuk dalam asam lemak ω -6 antara lain asam arakhidonat dan asam linoleat (Wuryati, 1991).

Konfigurasi sekitar ikatan rangkap apapun dalam asam lemak alamiah adalah cis, suatu konfigurasi yang menyebabkan titik leleh itu rendah. Asam lemak jenuh membentuk rantai zig zag yang cocok satu sama lain secara rapat, sehingga gaya tarik *van der waals* tinggi, oleh karena itu lemak-lemak bersifat padat. Beberapa ikatan rangkap cis yang terdapat dalam rantai menyebabkan molekul tidak dapat membentuk kisi yang rapi dan rapat tetapi cenderung melingkar. Trigliserida tak jenuh ganda cenderung berbentuk minyak (fessenden, 1995).

3.3 Cara-Cara Isolasi Minyak/Lemak

3.3.1 Pengepresan Mekanis (Ketaren, 1986)

Pengepresan mekanis merupakan suatu cara ekstraksi minyak/lemak, terutama digunakan untuk bahan yang berasal dari biji-bijian. Cara ini dilakukan untuk memisahkan minyak dari bahan yang berkadar tinggi (30-70) %. Pada pengepresan mekanis diperlukan perlakuan pendahuluan tersebut mencakup pembuatan serpih, perajangan, penggilingan serta pemasakan.

3.3.2 Rendering (Ketaren, 1986)

Rendering merupakan suatu cara ekstraksi minyak atau lemak dari bahan yang berkadar tinggi. Proses rendering menggunakan panas yang bertujuan untuk menggumpalkan protein pada dinding sel tersebut sehingga mudah ditembus oleh minyak/lemak yang terkandung didalamnya.

Menurut pengerjaannya, rendering dibagi dalam dua cara yaitu rendering basah dan rendering kering.

Rendering basah adalah proses rendering dengan penambahan sejumlah air selama berlangsungnya proses tersebut. Cara ini dilakukan dengan ketel terbuka atau tertutup dengan tempertur tnggi serta tekanan 40-60 psi, dipergunakan untuk menghsailkan minyak atau lemak dalam jmlah besar. Air dan bahan yang akan didestruksi dimasukan dalam suatu wadahdengan tekanan uap air 40-60 psi selama 4-6 jam.

Rendering kering adalah rendering tanpa penambahan aiar selama proses berlangsung. Bahan yang diperkirakan mengandung minyak atau lemak dimasukkan dalam ketel, bahan tersebut dipanaskan sambil diaduk. Pemanasn dilakukan pada suhu 100°C sampai 110°C . ampas yang telah diambil minyaknya akan diendapkan pada dasar ketel, sedangkan minyak/lemak yang dihasilkan dipisahkan dari ampas yang telah mengendap.

3.3.3 Ekstraksi Dengan Pelarut Organik

Prinsip dari proses ini adalah ekstaksi dengan melarutkan minyak/lemak dalam pelarut minyak/lemak. Pada cara ini dihasilkan ampas dengan kadar dengan kadar minyak/lemak yang rendah yaitu sekitar 1% atau lebih rendah, fraksi bukan minyak sebagian larut dalam proses ekstraksi. Pelarut minyak/lemak yang biasa dipergunakan adalah pelarut yang mudah menguap, seperti Petroleum eter, gasoline, karbon tetraklorida, karbon sulfida, benzena dan heksana.

Ekstraksi dengan pelarut sangat efisien, terutama untuk bahan yang mengandung minyak yang mahal harganya tetapi sedikit prosentase minyak yang dikandungnya, misalnya minyak jarak, minyak olive dan minyak lembaga

gandum. Cara ini juga digunakan untuk mendapatkan residu yang bebas lemak, misalnya coklat untuk mendapatkan theobromin.

Keuntungan dari cara ini adalah kebutuhan energi untuk pemanasan adalah minimal sebagai protein pada residu tidak mengalami kerusakan karena panas, dan juga kualitas minyaknya lebih bagus.

Sedangkan kerugiannya adalah :

1. Peralatan mahal
2. Peralatan mudah terbakar
3. Untuk biji-bijian yang mengandung senyawa beracun, kadang-kadang senyawa tersebut ikut terlarut dalam pelarut, misalnya kapas.

3.3.4 Ekstraksi

Prinsip dari ekstraksi adalah adanya distribusi zat terlarut diantara 2 pelarut yang tidak saling bercampur. Peristiwa ini melibatkan perpindahan zat terlarut dari 2 pelarut yang tidak saling bercampur yang dikenal sebagai ekstraksi cair-cair. Pada umumnya zat terlarut (*solute*) yang diekstrak tidak larut/larut dalam sedikit pelarut, tetapi mudah larut dalam pelarut lain.

Ekstraksi cair-cair didasarkan pada hukum distribusi yang dikemukakan oleh Nernst (1918). Nernst menyatakan bahwa jika suatu zat dimasukkan dalam campuran 2 pelarut utama yang tidak saling bercampur, maka zat tersebut akan terdistribusi diantara 2 pelarut utama yang tidak saling bercampur, dengan perbandingan yang tidak tetap dan temperatur dan tekanan yang tetap asal tidak ada interaksi kimia antara zat terlarut (*solute*) dengan pelarut (*solvent*) selain proses pelarutan.

Selain ekstraksi cair-cair juga dikenal ekstraksi terhadap padatan (ekstraksi padat cair). Ekstraksi padat cair biasanya juga digunakan untuk memisahkan senyawa hasil alam baik dari binatang maupun tumbuhan. Proses ini dikenal dengan istilah “*Ekstraksi Soxhlet*”.

Ekstraksi soxhlet merupakan proses ekstraksi yang berlangsung secara berulang-ulang dan teratur. Bahan yang akan diekstraksi dijadikan serbuk dan dimasukkan dalam pembungkus yang berpori (kertas saring). Pembungkus tersebut dimasukkan dalam alat soxhlet, sedangkan pada bagian atas alat ini dihubungkan dengan kondensor atau pendingin. Pelarut dan batu didih dimasukkan dalam labu dan diekstraksi dengan waktu dan suhu yang diinginkan.

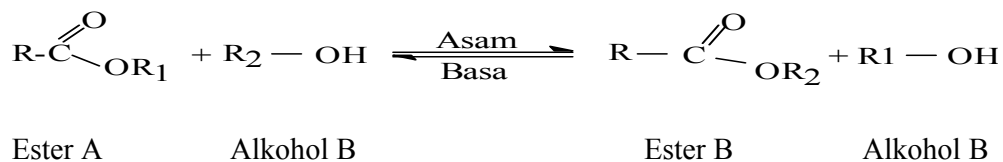
Pelarut yang digunakan untuk proses ekstraksi harus memenuhi persyaratan sebagai berikut :

1. Inert atau tidak dapat bereaksi dengan komponen-komponen yang akan diisolasi.
2. Selektif, hanya mengisolasi/melarutkan zat-zat yang diinginkan.
3. Mempunyai titik didih rendah, sehingga mudah diuapkan pada temperatur rendah.

3.3.5 Transesterifikasi

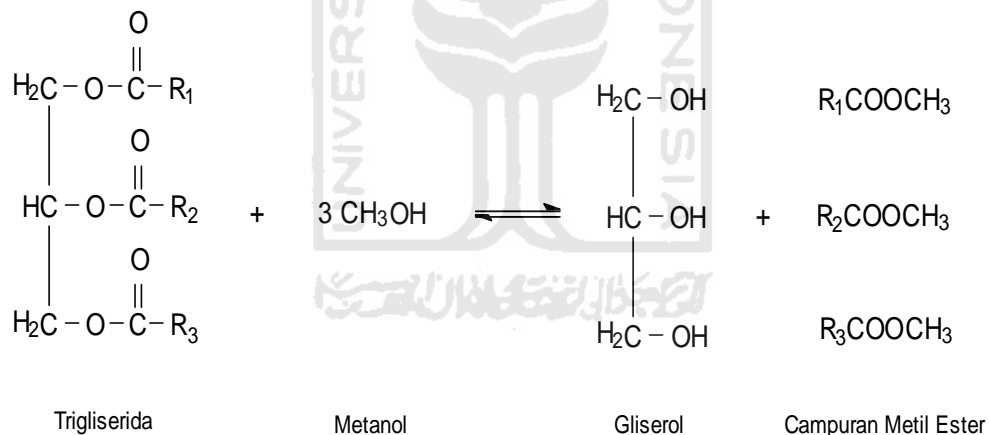
Transesterifikasi adalah reaksi antara ester dengan alkohol yang menghasilkan ester-ester yang berbeda. Mengingat titik didih asam-asam lemak yang cukup tinggi, maka transesterifikasi bertujuan untuk mengubah asam lemak menjadi campuran metil ester yang mempunyai titik didih yang lebih rendah daripada asam lemaknya.

Secara umum reaksi transesterifikasi ditulis sebagai berikut :



Transesterifikasi dapat berlangsung bolak balik (reversible), sehingga untuk memperoleh hasil yang lebih banyak dapat dilakukan dengan menggunakan salah satu zat reaktan berlebih (excess). Reaksi senyawa diatas dapat pula terjadi pada senyawa-senyawa trigliserida. Trigliserida bereaksi dengan alkohol bebas air dengan adanya katalis asam/basa.

Secara umum reaksi transesterifikasi dari trigliserida dapat ditulis :



Metil ester asam lemak dapat dibuat dengan menambah larutan Boron Triflourida (BF₃) dalam metanol kedalam lemak. BF₃ dalam bentuk koordinasinya dengan metanol berfungsi sebagai katalisator dalam esterifikasi. Karena BF₃ alkohol bersifat seperti asam kuat maka dapat memacu metanolisis lemak/minyak serupa dengan penambahan HCL/H₂SO₄ pada metanol. Mekanisme reaksi yang menggunakan katalis asam adalah analog dengan reaksi esterifikasi Fischer, yang

terdiri dari beberapa tahap. Protonasi gugus karbonil oleh H^+ dari asam sebagai katalis, karbon karbonil diserang oleh nukleofil (oleh alkohol), transfer proton dari OHR_1 ke gugus OH, kemudian eliminasi H_2O memberikan hasil asam konyugasi pada ester yang dapat melepaskan satu proton dan membentuk ester.

3.4 Kromatografi Gas

Kromatografi merupakan metode pemisahan senyawa dalam campuran berdasarkan proses distribusi selektif yang terjadi antara dua fase heterogen. Dua fase tersebut adalah fase gerak dan fase diam. Jika fase Bergeraknya adalah gas maka alatnya disebut kromatografi gas. Kromatografi gas dibagi menjadi dua yaitu Kromatografi Gas Padat (GSC = *Gas Solid Chromatography*) jika fase diamnya padat dan Kromatografi Gas Cair (GLC = *Gas Liquid Chromatography*) jika fase diamnya cair. Di antara kedua kromatografi tersebut yang paling sering digunakan adalah kromatografi cair.

Prinsip kerja kromatografi gas adalah sebagai berikut : cuplikan disuntikan kedalam injektor, aliran gas pembawa akan mengangkut cuplikan yang telah teruapkan masuk kedalam kolom. Kolom akan memisahkan komponen-komponen dari cuplikan. Komponen-komponen akan terdeteksi oleh detektor dan dihasilkan sinyal dalam bentuk puncak-puncak. Distribusi molekul cuplikan diantara dua fase ditentukan oleh kesetimbangan yang dikenal dengan koefisien distribusi atau koefisien partisi K.

$$K = \frac{C_s}{C_m}$$

Di mana : K = koefisien distribusi

C_s = konsentrasi senyawa pada fase diam

C_m = konsentrasi senyawa pada fase gerak

Harga K tiap senyawa berbeda, sehingga kecepatan perpindahan dan waktu retensi komponen-komponen dalam sampel tidak sama. Hal ini yang menjadi dasar kromatografi.

Jika harga K besar maka konsentrasi senyawa dalam fase diam lebih besar dibandingkan dalam fase gerak dan molekul cuplikan akan tinggal lebih lama dalam fase diam.

1. Gas pembawa (*Carrier Gas*)

Gas pembawa ditempatkan dalam silinder bertekanan tinggi. Gas pembawa harus memenuhi persyaratan-persyaratan :

1. Bersifat inert, tidak bereaksi dengan cuplikan.
2. Murni dan mudah diperoleh serta murah.
3. Sesuai dengan detektor.
4. Harus memenuhi difusi gas.

Gas-gas yang sering digunakan sebagai gas pembawa antara lain adalah : helium atau argon. Gas tersebut sangat baik, tidak mudah terbakar, tetapi sangat mahal. Konduktivitas panas gas-gas tersebut tinggi dan molekulnya kecil.

2. Tempat Injeksi

Tempat injeksi selalu dipanaskan. Dalam kebanyakan alat, suhu dapat diatur. Aturan pertama untuk pengaturan suhu adalah bahwa suhu tempat injeksi sekitar 50°C lebih tinggi dari pada titik didih campuran dari cuplikan yang

mempunyai titik didih paling tinggi. Cuplikan dimasukan dalam kolom dengan cara menginjeksikan melalui tempat injeksi. Hal ini dapat dilakukan dengan pertolongan jarum injeksi. Jumlah cuplikan yang diinjeksi pada waktu mengadakan analisis berkisar antara 0,5-50 ml untuk gas dan 0,2-20 μ L untuk cairan.

3. Kolom

Kolom merupakan jantung dari proses pemisahan pada kromatografi gas karena pemisahan fase sesungguhnya dari kromatografi gas terjadi didalam kolom. Bentuk kolom dapat lurus, bengkok, misal v atau w, dan kumparan atau spiral. Biasanya bentuk kolom adalah kumparan. Kolom selalu merupakan bentuk tabung. Tabung ini dapat terbuat dari tembaga, plastik, baja, aluminium, gelas. Panjang kolom dapat berkisar antara 1–30 meter. Diameter kolom mempunyai berbagai ukuran biasanya antara 0,3 mm sampai 5 mm.

4. Detektor

Detektor berfungsi untuk mendeteksi komponen-komponen yang telah dipisahkan. Detektor mengubah sejumlah sifat-sifat molekul dari senyawa organik menjadi arus listrik. Arus ini diteruskan ke pencatat untuk menghasilkan kromatogram (Sastrohamidjodjo, 2001).

5. Analisis Kualitatif Menggunakan Kromatografi Gas

Tujuan dari analisis kualitatif pada kromatografi gas adalah untuk mengidentifikasi jenis komponen dari suatu cuplikan (Sastrohamidjodjo, 2001). Secara klasik analisis kualitatif dengan kromatografi gas dilakukan dengan membandingkan data retensi komponen sampel yang dianalisis dengan

komponen yang sudah diketahui. Selanjutnya dengan membandingkan data ini dengan data dari instrumen lain dan data dari analisis kimia. Memungkinkan kita untuk mengidentifikasi komponen sampel tersebut (Ferdiaz, 1989). Analisis kualitatif dapat juga dilakukan dengan metode “Spiking” yaitu suatu metode analisis pada kromatografi gas cair dengan cara menambah cuplikan yang telah diketahui (standar).

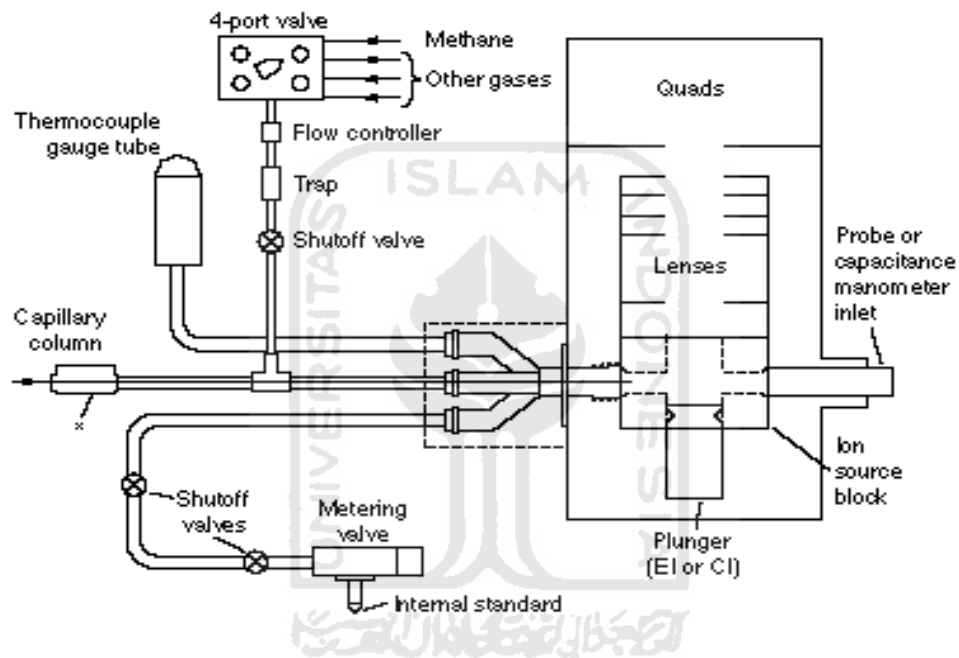
6. Analisis Kuantitatif menggunakan Kromatografi Gas

Analisis kuantitatif kromatografi gas bertujuan untuk menentukan jumlah relatif (%) dari komponen-komponen yang terpisah. Hal ini didasarkan pada suatu kenyataan bahwa pencatat menghasilkan sinyal atau puncak yang sebanding dengan jumlah bahan yang disuntikkan (Satrohamidjodjo, 2001). Analisis kuantitatif didasarkan pada tinggi puncak atau luas puncak pada kromatogram. Tinggi puncak diukur sebagai jarak dari garis dasar ke puncak maksimum. Suatu teknik yang efektif untuk menentukan luas puncak adalah mengukur tinggi puncak (H) dan lebar pada tinggi setengah puncak ($W_{1/2}$). Teknik tersebut hanya digunakan apabila puncak simetri. Sekarang pengukuran puncak dapat dilakukan memakai instrumen. Beberapa perekam mempunyai integrator yang akan menghasilkan ukuran luas

3.5 Kromatografi Gas- Spektrometer Massa

Kromatografi gas-spektrometer massa merupakan salah satu teknik yang lebih umum digunakan untuk mengidentifikasi komponen-komponen suatu sampel. Alat ini merupakan gabungan antara kromatografi gas dengan spektrometer massa. Instrumen ini akan menghasilkan ketelitian pemisahan

semakin tinggi dan waktu analisa semakin singkat. Spektra yang didapat dari spektrometer massa memberikan kunci-kunci penting dalam proses identifikasi. Berkat adanya kemajuan teknologi, berbagai spektra komponen kimia telah tersedia dan disimpan dalam disket komputer (Ferdiaz, 1989). Bagian spektrometer massa ditunjukkan pada gambar

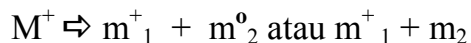


Gambar 2. Spektrometer Massa

Spektra massa merupakan gambar antara limpahan relatif lawan perbandingan massa/muatan (m/z). Ion limpahan yang paling utama diberi angka 100 dan intensitas yang lain (limpahan relatif) dinyatakan sebagai prosentase dari puncak dasar (Sastrhamidjodjo, 2001).

Pada spektrometer massa, molekul-molekul organik ditembak dengan berkas elektron dan diubah menjadi fragmen-fragmen ion positif yang bertenaga tinggi (ion molekuler atau ion induk), yang dapat pecah menjadi ion-ion yang

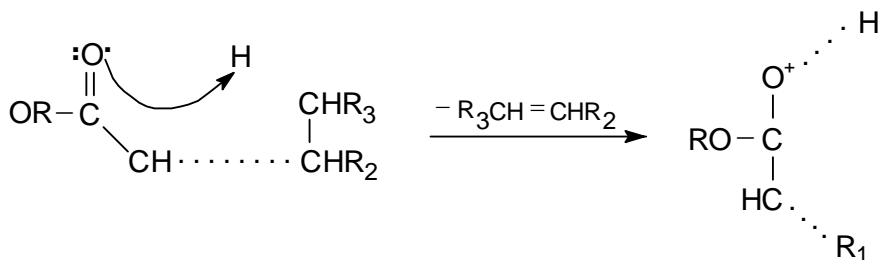
lebih kecil (ion-ion anak atau ion pecahan). Lepasnya elektron dari molekul menghasilkan radikal kation dan proses ini dapat dinyatakan sebagai $M \Rightarrow M^+$. Ion molekuler M^+ biasanya terurai menjadi sepasang pecahan/fragmen, yang dapat berupa radikal dan ion molekuler yang lebih kecil dan radikal kation.



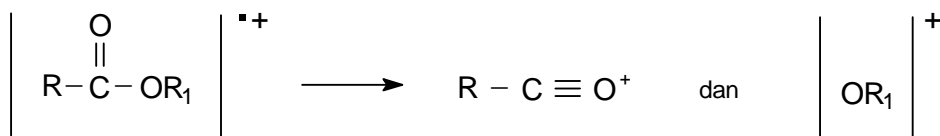
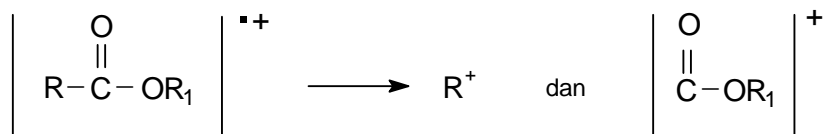
Dimana M^+ adalah ion molekuler, m_1^+ dan m_2° adalah radikal.

Ion-ion molekuler, ion-ion pecahan dan ion-ion radikal pecahan dipisahkan oleh pembelokan dalam medan magnet yang dapat berubah sesuai dengan massa dan muatan mereka dan menimbulkan arus (arus ion) pada kolektor yang sebanding dengan kelimpahan relatif mereka.

Ion-ion molekuler dari metil ester dari asam lemak alifatik rantai lurus biasanya terlihat. Kebanyakan puncak karakteristik diakibatkan Rearrangement hidrogen dan pemecahan satu ikatan yang dipisahkan dari gugus C=O. Metil ester dari asam lemak alifatik tidak bercabang pada α -karbon memberikan sebuah puncak yang kuat pada m/z 74, yang merupakan puncak dasar dalam metil ester rantai lurus dalam C_6 hingga C_{26} (proses ini sering disebut penataulangan McLafferty).



Empat ion dapat dihasilkan dari pemecahan ikatan dekat dengan C=O



Ion-ion R^+ jelas dalam ester-ester rantai pendek tetapi hilang cepat dengan kenaikan panjang rantai. Ion R^+ selanjutnya mengalami fragmentasi menghasilkan ion dengan rumus $\text{C}_n\text{H}_{2n-1}^+$. Ion $\text{R}=\text{C}=\text{O}^+$ memberikan puncak penentu yang lebih baik untuk ester-ester. Dalam metil ester, ester terjadi pada M-31. (Sastrohamidjojo,2001)

Puncak-puncak yang muncul dengan rumus dengan rumus umum $[(\text{CH}_2)_n\text{COOCH}_3]^+$, dimana $n=2, 6, 10, \dots$ merupakan keistimewaan pada spektra metil ester rantai lurus panjang normal $\text{C}_6 - \text{C}_{26}$ sehingga ditunjukkan ion-ion pada m/z 87, 143, 199, ... untuk deret ion tersebut dapat berupa $n=1, 2, 3, 4, 5, 6$ (Sastrohamidjojo,2001). Pada umumnya adanya metil ester pada suatu spektra ditunjukkan dengan munculnya pada M-43 dimana ion molekulnya melepaskan radikal propil.

3.6 HIPOTESIS

- Kandungan asam lemak tempe benguk giling lebih banyak daripada tempe benguk biji.
- Semakin lama waktu fermentasi maka asam lemak yang terbentuk akan semakin banyak

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1 Alat yang digunakan :

1. Satu set alat soxhlet
2. Satu set alat refluks
3. Alat timbang
4. Alat-alat gelas
5. Labu ekstraksi
6. Evaporator Buchii
7. Blender
8. GC-MS merk Perkin Elmer

4.1.2 Bahan yang digunakan :

1. Sampel Koro Benguk dari Klaten Jawa Tengah
2. KOH
3. Na₂SO₄ Anhidrat (E. Merck)
4. Metanol 20% p . a (E. Merck)
5. n-heksana p. a (E. Merck)
6. Ragi Tempe (*Rhizopus oligusporus*)

4.2 Cara Kerja

4.2.1 Preparasi Bahan

Satu kilogram koro benguk direbus bersama abu gosok selama 2 jam. Selanjutnya, diikuti dan kacang koro diiris kecil-kecil. Hasil irisan direndam selama 3 malam dalam air dan tiap 4 jam air diganti, kemudian direbus kembali selama 30 menit dan ditiriskan. Selanjutnya koro benguk diinokulasi dimasukkan dalam beberapa kantong plastik bening yang diberi lubang dan diinokulasi selama 0, 24, 48 jam pada suhu ruang 30°C.

4.2.2 Ekstraksi Minyak

Sebanyak 25 gr sampel yang dipreparasi dibungkus dengan kertas saring dan ujung atas dan bawahnya ditutup dengan kapas yang bebas lemak. Kemudian serbuk yang telah dibungkus dimasukkan dalam alat soxhlet. Dalam penelitian ini pelarut yang digunakan dalam proses soxhletasi adalah n-heksana sebanyak 200 mL. Proses soxhletasi dilakukan selama 6 jam. Ekstrak yang diperoleh ditambah Na₂SO₄ anhidrat. Kemudian disaring dengan corong gelas dan kertas saring. Selanjutnya diuapkan dengan evaporator Buchii pada suhu 60°C. Minyak yang diperoleh ditimbang untuk diketahui kadarnya.

$$\text{Kadar Minyak (\%)} = \frac{\text{Berat minyak setelah Penguapan (g)}}{\text{Berat sampel (g)}} \times 100\%$$

4.2.3 Transesterifikasi Minyak

Minyak yang diperoleh dari proses ekstraksi selanjutnya diubah menjadi metil ester asam lemak dengan cara :

Sebanyak 1 gr sampel (minyak) dimasukkan dalam labu leher 2, kemudian ditambahkan KOH dalam metanol 20%. Labu dipanaskan dalam penangas air pada suhu 60°C selama 2 jam (direfluks). Kemudian didinginkan selama 15 menit dalam suhu kamar. Setelah dingin, larutan dimasukan dalam labu ekstraksi dan ditambahkan 2 mL n-heksana. Labu ekstraksi ditutup dan dikocok kuat-kuat lalu dibiarkan hingga terbentuk 2 lapisan. Lapisan bagian atas merupakan metil ester asam lemak diambil untuk dianalisis dengan GC-MS.

4.2.4 Analisis Metil Ester Asam Lemak dengan GC-MS

Metil ester asam lemak diambil 1 mL dan diinjeksikan ke dalam alat GC-MS dengan kondisi operasi ditentukan sebagai berikut :

- Jenis kolom : AT 1301, panjang 30 meter
- Suhu kolom : 60°C-250°C
- Gas pembawa : Helium, 99,99%
- Suhu detektor : 250°C
- Jenis injektor : MSD
- Merk : Perkin Elmer

BAB V

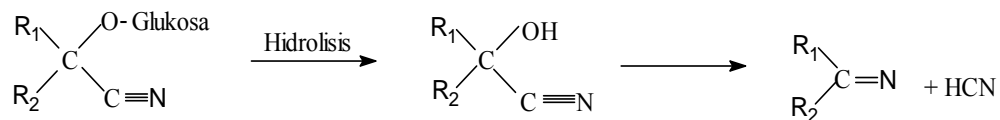
HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan kacang koro benguk yang berasal dari klaten jawa tengah. Koro benguk sebanyak 1kg direbus selama 3 jam bersama abu gosok yang berfungsi sebagai absorben untuk menghilangkan senyawa HCN yang bersifat toksik. Koro benguk yang telah direbus kemudian dikuliti dan diiris kecil-kecil. Untuk tahap penghilangan senyawa HCN yang optimal dilakukan perendaman selama 96 jam (4 hari). Selama proses perendaman setiap 4 jam sekali airnya diganti dengan tujuan menghilangkan senyawa HCN yang terlarut dalam air supaya dapat terbuang.

Asam HCN merupakan senyawa yang sangat beracun. Senyawa ini terbentuk dari senyawa glikosida sianogenik yang terhidrolisis melalui proses enzimatik.

Reaksi yang terjadi adalah :



(R₁ dan R₂ adalah alkil, aromatik atau penyulih lain)

Setelah perendaman dilakukan koro, benguk direbus kembali selama 30 menit, selanjutnya koro benguk ditiriskan. Tahap selanjutnya yaitu, koro benguk yang telah ditiriskan diinokulasi dengan ragi tempe (*Rhizopus oligosporus*), kemudian

dimasukkan dalam kantong plastik yang telah dilubangi, tujuannya adalah untuk memperoleh oksigen (O_2) pada saat proses fermentasi. Pada perlakuan ini tempe yang telah diinokulasi dibagi menjadi 2 bagian. Bagian pertama, koro benguk yang telah diinokulasi, digiling sampai halus. Sedangkan bagian yang lain tetap dalam bentuk semula (biji). Tujuan dari penggilangan ini adalah untuk memperluas bidang permukaan sehingga kontak antara ragi tempe dan koro benguk menjadi optimal. Pada tahap inokulasi ini dilakukan selama 48 jam, setiap 24 jam tempe yang sedang diinokulasi diambil dan dimasukkan dalam oven dengan suhu $62^\circ C$ sampai sampel kering. Suhu oven dijaga $62^\circ C$ bertujuan untuk menghentikan aktivitas enzim dalam proses fermentasi. Setelah semua tempe kering dalam oven lalu dilakukan proses ekstraksi minyak.

5.2 Ekstraksi Minyak

Metode ekstraksi yang digunakan adalah metode ekstraksi yang menggunakan soxhlet. Serbuk dari tempe benguk biji maupun yang telah digiling dibungkus dengan menggunakan kertas saring lalu dimasukan dalam masing-masing soxhlet. Pelarut yang digunakan dalam proses sokhletasi adalah n-heksana, karena pelarut ini bersifat non polar yang dapat melarutkan senyawa non polar seperti minyak maupun lemak.

Salah satu faktor yang mempengaruhi keberhasilan ekstraksi ini adalah pemilihan pelarut. Pada proses pelarutan zat, pemilihan pelarut didasarkan pada prinsip "*Like dissolves like*". Pelarut yang digunakan harus dapat melarutkan senyawa yang diinginkan dan mudah dipisahkan dari senyawa yang diekstraksi. Pemilihan bahan pelarut yang paling sesuai untuk ekstraksi lemak maupun

minyak adalah didasarkan pada derajat atau tingkat kepolaran. Pada dasarnya pelarut yang polar akan mudah larut dalam pelarut non polar. Tingkat kepolaran suatu pelarut didasarkan atas konstanta dielektrikum, semakin kecil harga konstanta dielektrikum akan semakin non polar pelarut tersebut. Harga konstanta dari n-heksana adalah 0,7907 g/mL.

Ekstrak yang diperoleh dari proses sokhletasi berwarna kuning jernih. Hasil dari ekstrak tersebut ditambahkan Natrium sulfat anhidrat (NaSO_4 anhidrat). Penambahan NaSO_4 anhidrat bertujuan untuk menarik sisa air yang masih ada. Setelah terbebas dari air dilakukan evaporasi menggunakan evaporator buchii, tujuan dari proses ini adalah untuk menguapkan pelarutnya. Hasil dari evaporasi ini minyak berwarna kuning kecoklatan.

Untuk mengetahui kadar minyak dari tempe benguk biji dan tempe benguk giling, minyak yang telah bebas dari pelarut dan air tersebut ditimbang. Kadar minyak dari tempe benguk biji dan tempe benguk giling yang diperoleh dari proses ekstraksi soxhletasi disajikan pada tabel berikut :

Tabel 5. Kadar Minyak Tempe Benguk Biji

Waktu Fermentasi	Pelarut	Hasil		
		Berat Sampel	Berat Minyak	Kadar Minyak (%)
0 jam	n-heksana	25 gr	0,7751 gr	3,1%
24 jam	n-heksana	25 gr	0,4860 gr	1,994%
48 jam	n-heksana	25 gr	0,5530 gr	2,212 %

Tabel 6. Kadar Minyak Tempe Benguk Giling

Waktu Fermentasi	Pelarut	Hasil		
		Berat Sampel	Berat Minyak	Kadar Minyak (%)
0 jam	n-heksana	25 gr	0,841 gr	3,36%
24 jam	n-heksana	25 gr	0,973 gr	3,892%
48 jam	n-heksana	25 gr	0.840 gr	3,36%

Dari Tabel 5 dan 6 tersebut dapat disimpulkan bahwa untuk mendapatkan kandungan asam lemak yang terbaik atau paling banyak adalah pada tempe benguk giling dengan waktu fermentasi 24 jam. Pada tempe benguk giling waktu fermentasi 24 jam antara *rhizopus oligusporus* dan koro benguk dapat bereaksi secara sempurna, sehingga didapatkan hasil yang terbaik. Pada waktu fermentasi 24 jam adalah waktu yang tepat untuk mengkonsumsi tempe benguk, setelah 24 jam tempe benguk juga masih layak dikonsumsi tetapi kandungan asam lemaknya sudah mulai berkurang. Semakin lama waktu fermentasinya maka kandungan asam lemaknya semakin sedikit dan tempe tidak layak dikonsumsi lagi karena sudah mengalami pembusukan. Setelah tempe benguk mengalami pembusukan maka tempe tersebut telah rusak.

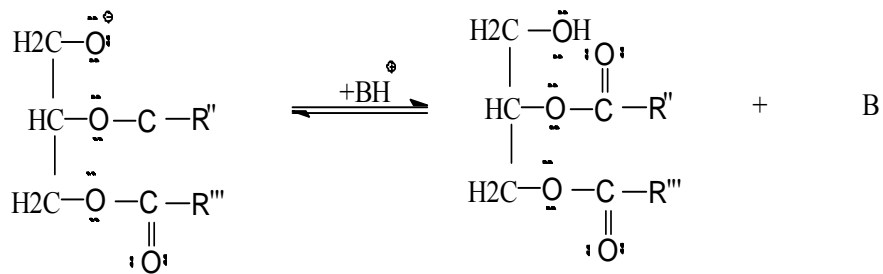
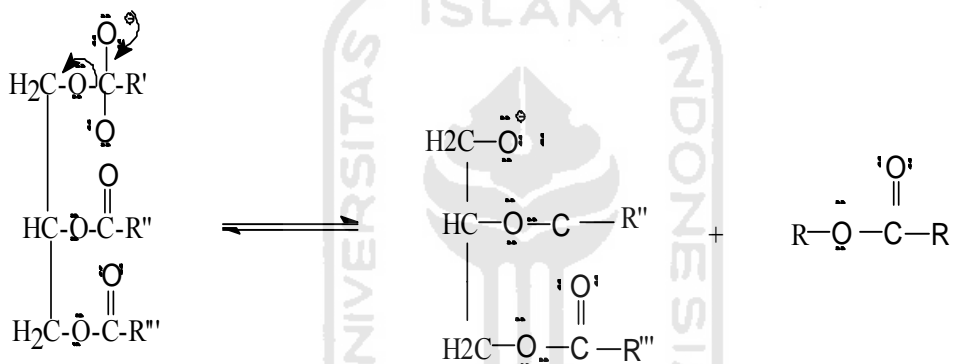
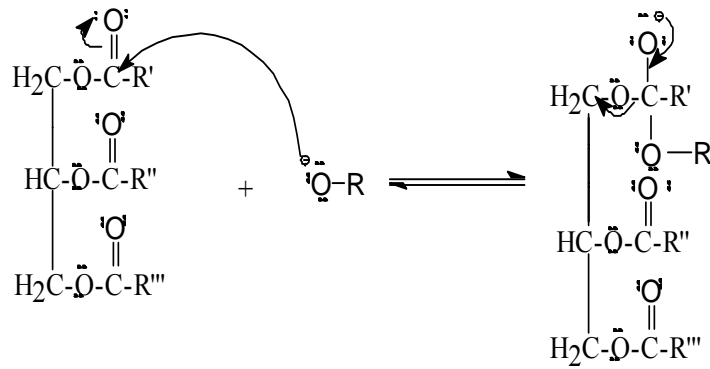
5.3 Transesterifikasi

Metode transesterifikasi dilakukan untuk mengubah asam lemak menjadi metil ester asam lemak sebelum diinjeksikan kedalam GC-MS. Mengingat titik didih asam-asam lemak yang cukup tinggi maka transesterifikasi bertujuan mengubah asam-asam lemaknya menjadi campuran metil ester yang titik didihnya

lebih rendah dari pada asam lemaknya. Dengan demikian campuran dalam bentuk metil ester lebih menguap dari pada asam-asam lemaknya sehingga dapat memudahkan mengidentifikasi dengan GC-MS.

Pada proses pembuatan metil ester dilakukan proses transesterifikasi (metanolisis) minyak tempe benguk dengan penggunaan KOH. KOH dalam hal ini berfungsi sebagai katalis basa pada proses transesterifikasi minyak dari koro benguk. Pada penelitian sebelumnya (Wayan Diana, 2005), proses transesterifikasi menggunakan katalis BF_3 yang tergolong sebagai asam Lewis. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa proses transesterifikasi menggunakan katalis asam berlangsung lebih lambat dibandingkan dengan katalis basa. Oleh sebab itu dalam penelitian ini digunakan katalis basa, yaitu KOH.

Reaksi transesterifikasi berlangsung lambat, sehingga memerlukan katalis untuk mempercepat reaksi. Katalis KOH bereaksi dengan metanol sehingga membentuk metoksida pada atom karbon karbonil trigliserida menghasilkan zat antara tetrahedral. Selanjutnya ion metoksida akan bereaksi dengan trigliserida minyak tempe benguk menghasilkan metil ester dan gliserol. Reaksi pembentukan ester dalam kondisi basa dengan ion metoksida disebut reaksi nukleofil. Mekanisme reaksi transesterifikasi dapat ditunjukkan pada gambar di bawah ini.



Mekanisme Reaksi transesterifikasi dengan katalis basa

Penelitian ini dilakukan menggunakan rasio mol minyak dengan metanol pada variasi 1 : 12 dengan asumsi trigliserida minyak tempe benguk didominasi OOL (Oleat, Oleat, Linoleat) dengan berat molekul 883,44 g/mol dan berat molekul metanol 32,04 g/mol untuk rasio 1:12 digunakan 1 gr minyak dan metanol 10 mL. waktu refluk selama 2 jam dan kecepatan pengadukan dijaga konstan pada temperatur 65°C.

Reaksi transesterifikasi bertujuan untuk mengubah ester dari minyak tempe benguk yang berupa trigliserida kompleks menjadi campuran metil ester yang lebih sederhana dan gliserol. Reaksi transesterifikasi terhadap minyak tempe benguk dilakukan dengan pencampuran langsung didalam metanol dengan katalis KOH. Proses transesterifikasi dilakukan pada suhu 65°C selama waktu reaksi ± 2 jam dengan suhu konstan diharapkan dengan kondisi tersebut terjadi reaksi secara sempurna. Setelah reaksi berjalan selama 2 jam dan dihasilkan campuran metil ester yang belum sempurna, campuran tersebut didinginkan dan dimasukkan dalam tabung reaksi. Pemisahan terjadi dalam ± 12 jam (semalam). Kemudian campuran yang sudah terbentuk dimasukkan dalam tabung reaksi agar proses pemisahan metil ester dan gliserol terpisah secara sempurna. Pada lapisan bawah terbentuk gliserol dan lapisan atas adalah metil ester.



Gambar 3. Minyak Tempe Benguk



Gambar 4. Metil ester dari reaksi transesterifikasi minyak tempe benguk

Dari gambar di atas terlihat metil ester yang terbentuk dengan baik, ini adalah metil ester setelah dipisahkan dari gliserol. Produk utama yang diharapkan dari reaksi transesterifikasi adalah metil ester dan produk sampingan yang berupa gliserol.

5.4 Analisis Metil Ester dengan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa

Campuran metil ester hasil reaksi transesterifikasi minyak tempe benguk dengan katalis KOH dianalisis dengan GC-MS. Ketiga variasi waktu fermentasi dianalisis dengan GC-MS dan diperoleh hasil sebagai berikut:

Tabel 7. Hasil Analisis Metil Ester pada Tempe Benguk

Rt	Nama Senyawa	% Tempe Benguk Biji			% Tempe Benguk Giling		
		0	24	48	0	24	48
12,324	Oct-2-enoic Acid, 2-(trimethylsilyl ester)	20%	21%	8,3%			4,1%
14,505	Malonic acid,Bis 2-Trimethylsilylethyl Ester	3,1%	3,3%	4,5%	5%	21%	2,6%
16,376	1,3-Dioxolane,2-Pentadecyl			1,4%	1,5%	6,5%	
17,164	Acetic acid,(4-1,1 Dimethylethyl) Methyl ester	4,2%		6,2%	2,2%	11,3 %	3,6%
17,842	Tetradecanoic acid, 10,13-dimethyl-,Methyl ester						4,8%
18,319	1,4-Cyclohexadiene-1,2-Dicarboxylic acid, 4,5-Dimethyl-,dimethyl ester		3,1%	3,1%			
19,034	Buthyl,2-methyl prophy ester	11,25 %	11,9%				
19,767	1,4-Syxlohexadiene,1,3,6-Tris trimethyl			5,3%		4,2%	12,9%

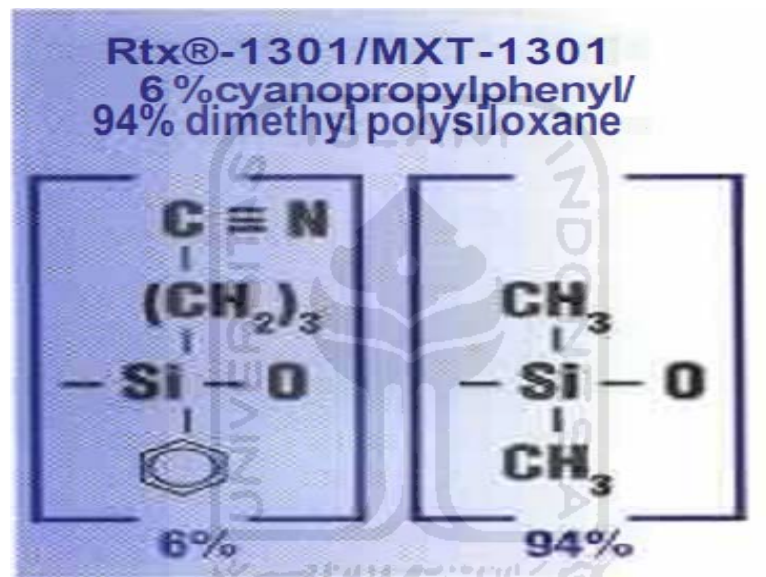
Dari tabel 7 dapat dilihat bahwa hasil dari analisis GC-MS merupakan asam-asam lemak yang tidak lazim dalam minyak tempe bengkuk. Senyawa-senyawa yang dihasilkan didominasi oleh senyawa *malonic acid* yang berupa *Bis 2-Trimethylsilylethyl Ester*, hampir tiap variasi waktu senyawa tersebut terdeteksi. Seharusnya senyawa-senyawa yang muncul dalam hasil analisis minyak tempe bengkuk dengan GC-MS adalah seperti yang ada pada tabel berikut :

Asam Lemak Tidak Jenuh (85%)	Terdiri dari :
Asam linoleat	15-64%
Asam oleat	11-60%
Asam linolenat	1-12%
Asam arachidonat	1,5%
Asam lemak jenuh (15%), terdiri dari :	
Asam palmitat	7-10%
Asam stearat	2-5%
Asam arschidat	0,2-1%
Asam laurat	0-0,1%
Fosfolipida	Jumlahnya sangat kecil (<i>trace</i>)
Lesitin	-
Cephalin	-
Lipositol	-

Sumber : _____. *Kedelai*. <http://id.wikipedia.org/wiki/Kedelai>.

Dilihat dari hasil analisisnya kemungkinan kolom yang digunakan atau fase diamnya mengalami bleeding bisa saja disebabkan oleh pelarutnya fase diam atau fase geraknya bereaksi dengan metil ester hasil esterifikasi minyak tempe bengkuk. Sehingga hasil yang diharapkan tidak sesuai dengan yang diinginkan bahkan senyawa yang teridentifikasi tidak terdapat dalam literatur atau pedoman.

Senyawa yang dihasilkan dalam analisis GC-MS mengandung cyano dan silika karena dalam fase diam tersebut terdiri dari 6% berupa cyanopropylphenyl dan 94% berupa dimethylpolysiloxane. Senyawa-senyawa yang seharusnya ada dalam minyak tempe benguk tidak teridentifikasi oleh GC-MS karena sampel yang masuk dalam alat tercampur dengan kandungan senyawa yang ada dalam fase diam alat tersebut.



Gambar 5. Senyawa yang ada dalam kolom

Jenis kolom yang digunakan dalam proses analisis metil ester adalah AT 1301 atau Rtx-1301/Mtx-1301. Jenis kolom ini mempunyai kelebihan dan keistimewaan yang disesuaikan dengan sampel yang akan dianalisis. Pemilihan kolom dalam proses analisis sangat penting karena kalau salah sampel yang dianalisis tidak akan terdeteksi dan hasil yang diharapkan tidak sesuai. Senyawa-senyawa yang seharusnya muncul ternyata tidak muncul, ini kemungkinan terjadi salah pemilihan kolom dan pengaturan jenis kolomnya.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan campuran metil ester yang diperoleh melalui reaksi transesterifikasi minyak tempe benguk, maka dapat disimpulkan bahwa :

- Dalam penelitian ini asam lemak yang muncul bukan merupakan asam lemak yang lazim dalam minyak tumbuhan dikarenakan adanya bleeding dari senyawa fase diam kolom.
- Semakin lama waktu fermentasi maka minyak yang terbentuk akan semakin banyak dan lebih baik.

6.2 Saran

- Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang penentuan kandungan asam lemak pada tempe benguk biji dan giling dengan menggunakan GC-MS.
- Perlu dilakukan kajian dan penelitian tentang bagian lain dari KOH yang dapat digunakan sebagai katalisator dalam reaksi transesterifikasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 1997, *Budidaya dan Manfaat Koro Benguk*, Departemen Pertanian, Teknologi pertanian, Ungaran.
- Eni, S.R. dan Sumarno, 2001, *Kandungan Asam Lemak dari Biji Durian (*Durio Zibethinus*, Murr)*, Skripsi, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Ferdiaz, D., 1989, *Kromatografi dalam Analisis Pangan*, Pusat antar Univesitas Pangan dan Gizi, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Fessenden, dan Fessenden, 1995, *Kimia Organik II*, edisi Ketiga, Erlangga Jakarta.
- Handayani, S., 1990, *Proceeding International Tempe Simposium*, Bali.
- Hoope, M., H.C.Jha, S. Kiraikidis, H, Egge, *Proceeding International tempe Simposium*. Bali, 13-15 Juli 1995.
- Julianto, T. S., 2001, *Isolasi dan Identifikasi Genestein dari Tempe Benguk*, Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro, Semarang.
- Kasmidjo, R.B, 1990. *Tempe : Mikrobiologi dan Biokimia Pengolahan serta pemanfaatannya*, PAU Pangan dan Gizi, Universitas Gadjah madha, Yogyakarta.
- Meidiyani, 2001, *Analisis Asam Lemak dari Cacing *Lumbrigus Rubellus* Menggunakan Kromatografi Gas (K-G) dan Kromatografi Gas Spektrometri Massa (KG-SM)*, Skripsi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, UGM, Yogyakarta
- Ruswati, W, 2004, *Ekstraksi Minyak dan Analisis Kandungan Asam Lemak dari Biji Alpukat (*Persea Americana* Miil) Menggunakan GC-MS*, Skripsi, Fakultas

Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta.

Sastrohamidjojo,H.,2001, *Kromatografi*, Edisi Kedua. Liberty, Yogyakarta

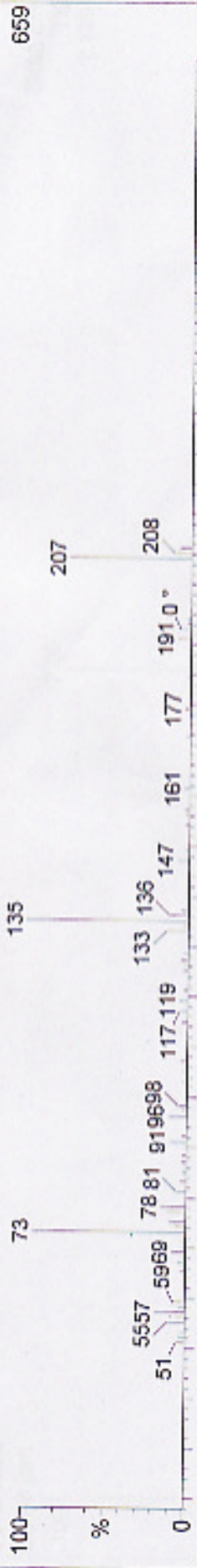
Sastrohamidjojo,H.,2001, *Spektroskopi*, Edisi Kedua. Liberty, Yogyakarta

Winarno, F, G., 1984, *Kimia Bahan Pangan dan Gizi*, Gramedia Pustaka Utama, Jakarta

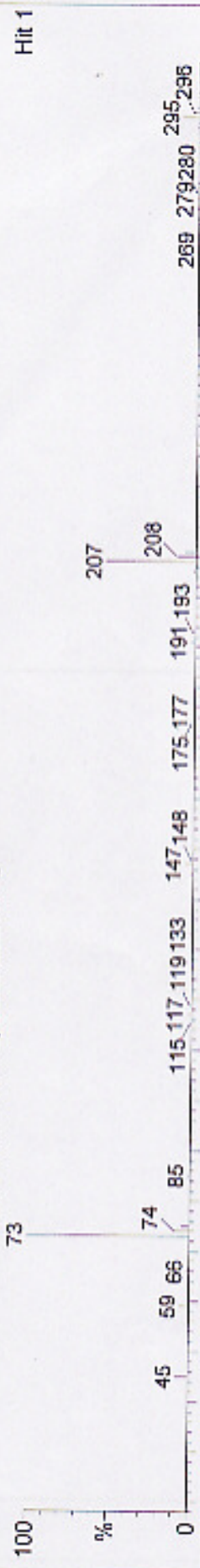
Wuryastuti, H., 1991, *Buku Ilmu makanan Hewan*, Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi, UGM, Yogyakarta.



Biji 48 jam 860 (19.767)



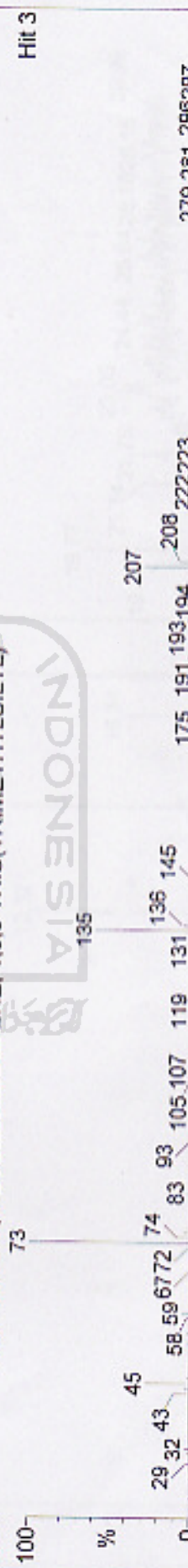
R:821 Nist 27371: TETRASILOXANE, DECAMETHYL-



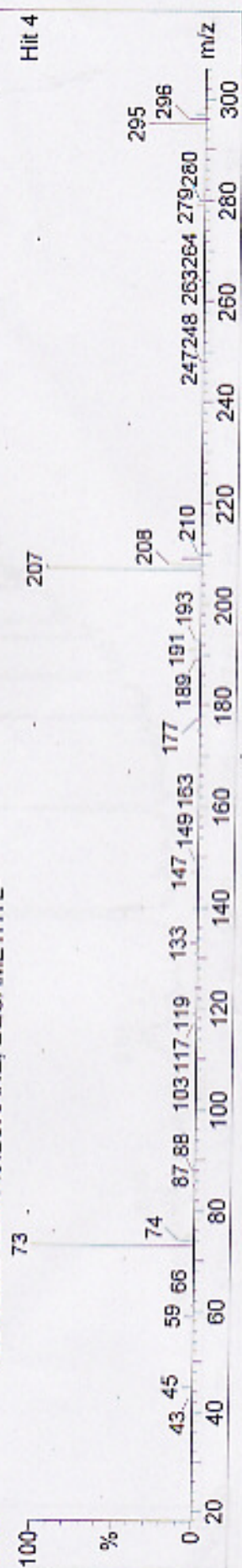
R:765 Nist 84726: 1,1,1,3,5,5,5-HEPTAMETHYLTRISILOXANE



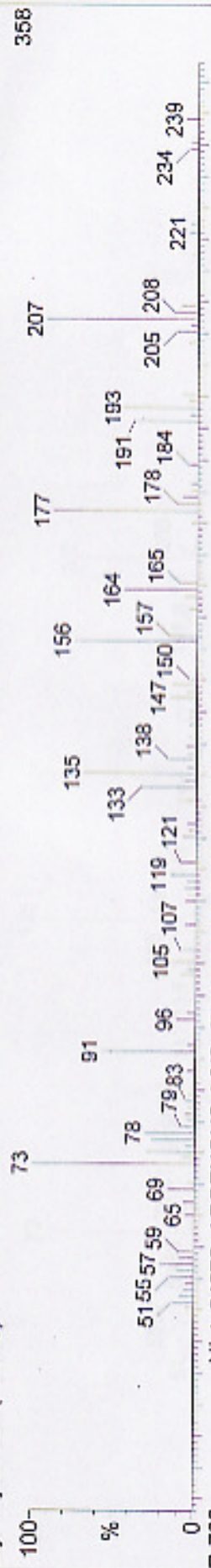
R:762 Nist 26726: 1,4-CYCLOHEXADIENE, 1,3,6-TRIS(TRIMETHYLSILYL)-



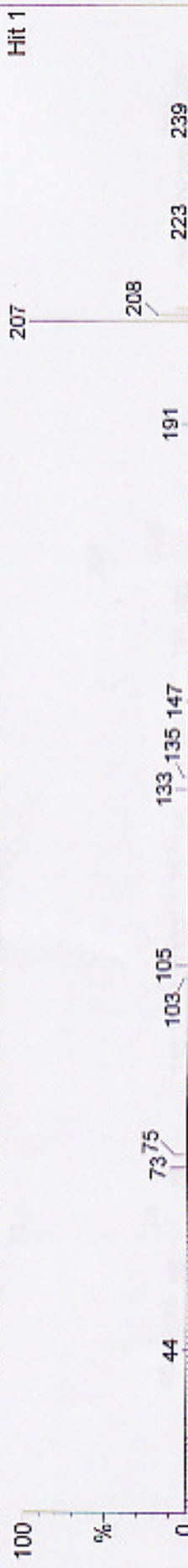
R:732 Nbs 7339: TETRASILOXANE, DECAMETHYL-



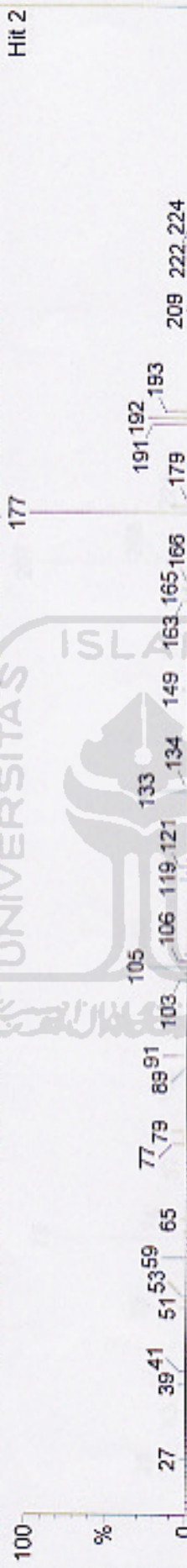
Biji 48 jam 781 (18.319)



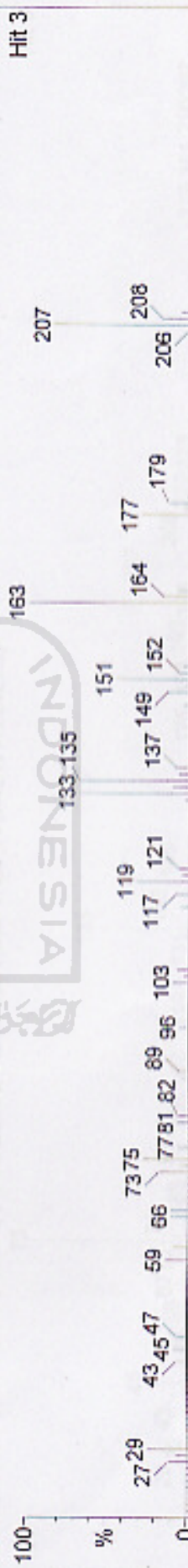
Nist 84872: ARSENOUS ACID, TRIS(TRIMETHYLSILYL) ESTER



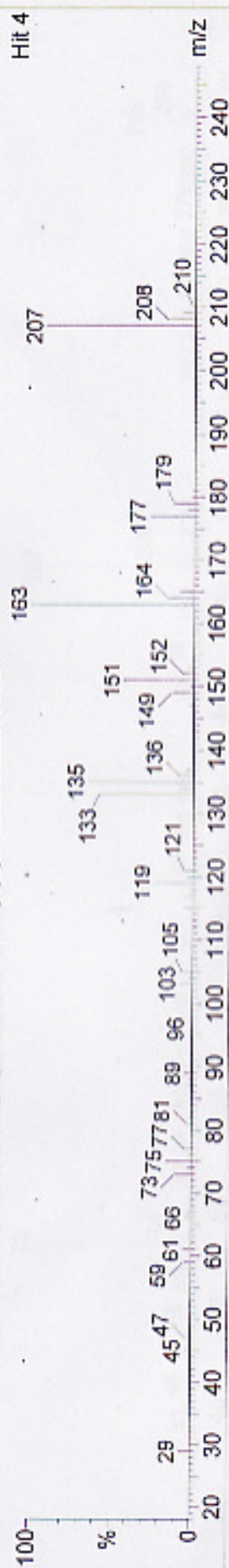
Nist 76468: 1,4-CYCLOHEXADIENE-1,2-DICARBOXYLIC ACID, 4,5-DIMETHYL-, DIMETHYL ESTER



Nbs 16517: DISILOXANE, 1,3-DIETHOXY-1,1,3,3-TETRAMETHYL-

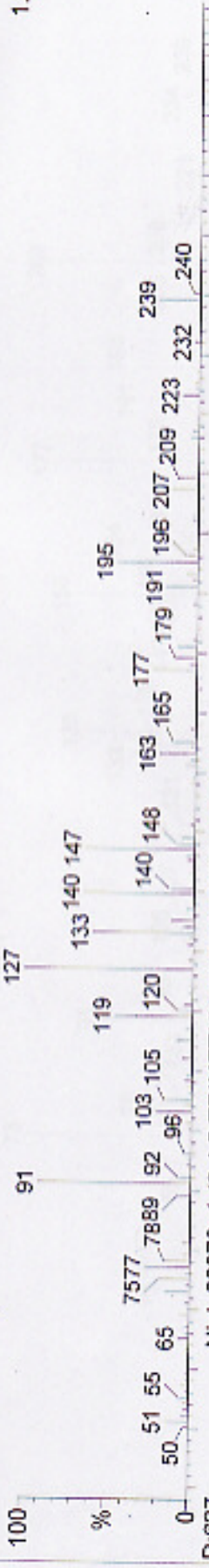


Nist 72006: DISILOXANE, 1,3-DIETHOXY-1,1,3,3-TETRAMETHYL-

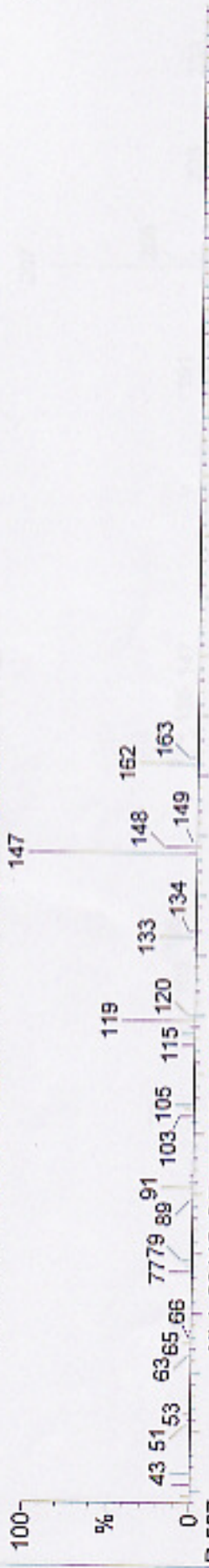


Biji 48 jam 718 (17.164)

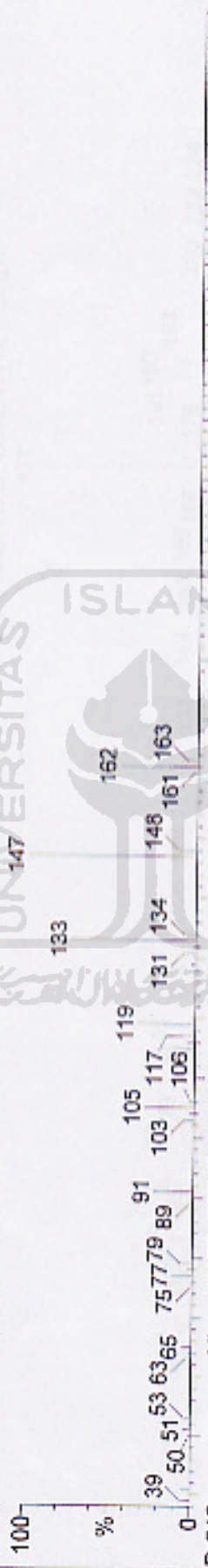
1.05e3



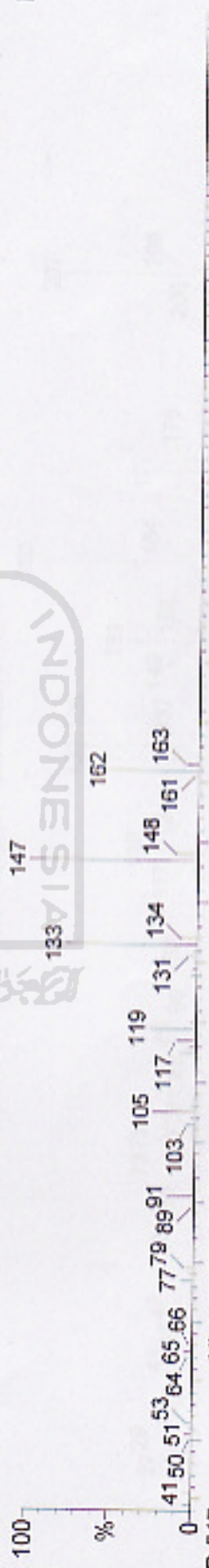
R:627 Hit 1



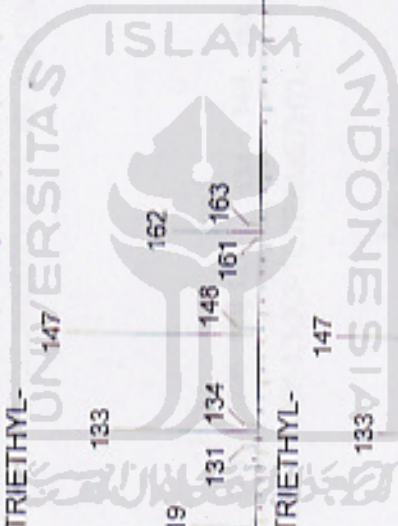
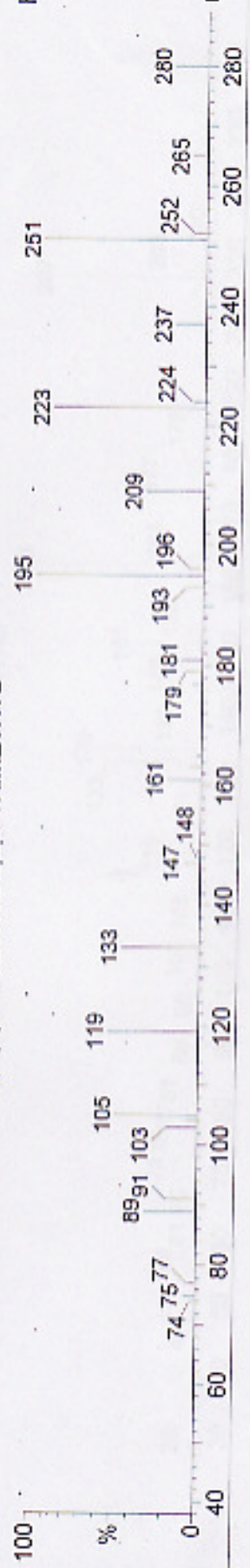
R:537 Hit 2



R:518 Hit 3

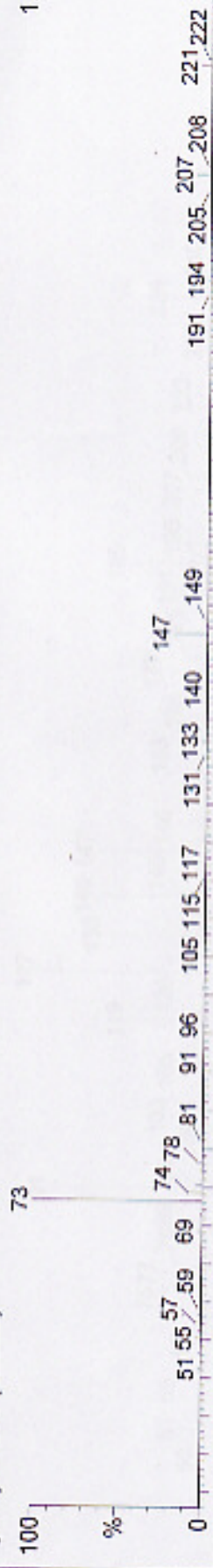


R:517 Hit 4



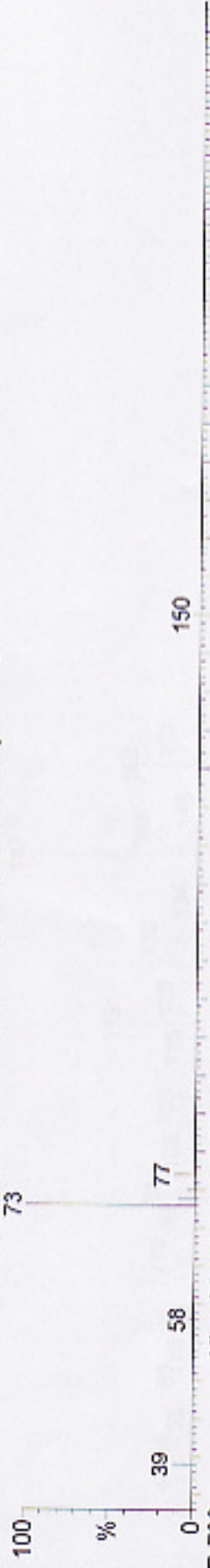
Biji 48 jam 673 (16.339)

1.78e3



Nist 26162: TRIMETHYL(3,3-DIFLUORO-2-PROPENYL)SILANE

R:851



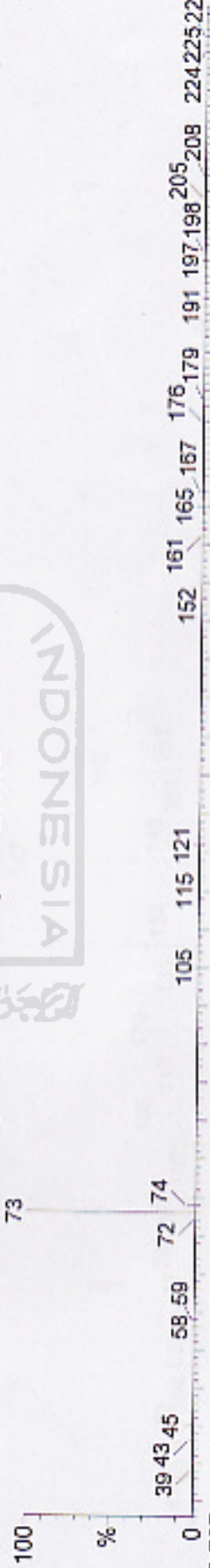
Nist 26843: MALONIC ACID, BIS(2-TRIMETHYLSILYLETHYL)ESTER

R:792



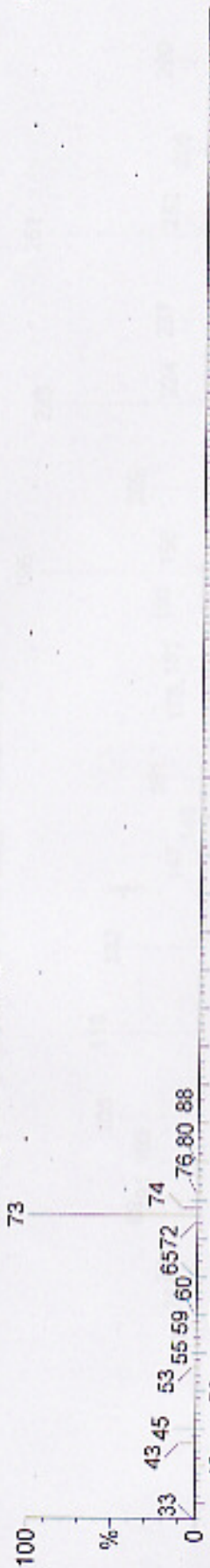
Nist 25598: SILANE, (DIPHENYLMETHYL)TRIMETHYL-

R:768



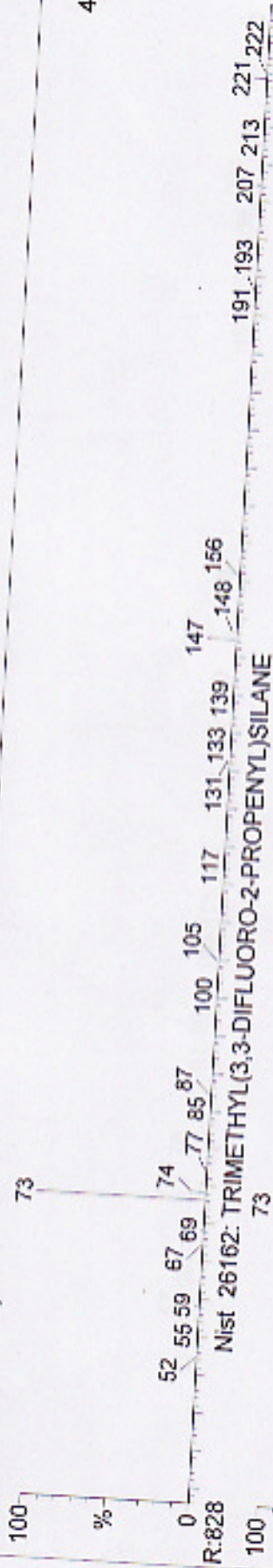
Nbs 6964: SILANE, TETRAMETHYL-

R:767



Biji 48 jam 572 (14.487)

4.16e3



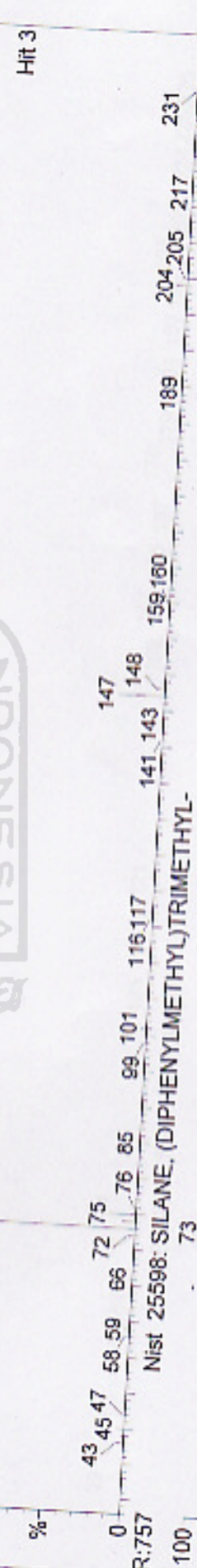
Nist 26162: TRIMETHYL(3,3-DIFLUORO-2-PROPENYL)SILANE



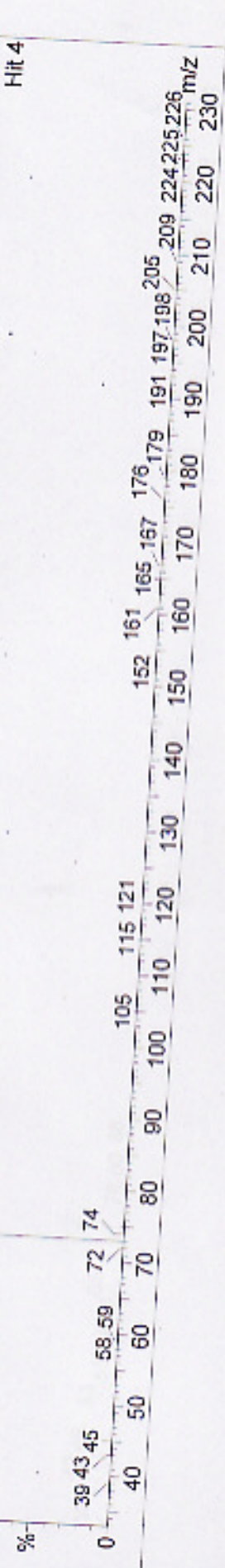
Nbs 6964: SILANE, TETRAMETHYL-



Nist 26843: MALONIC ACID, BIS(2-TRIMETHYLSILYLETHYL) ESTER

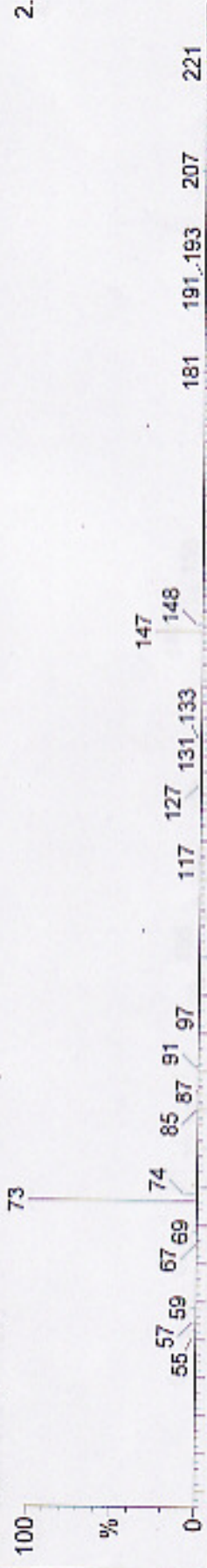


Nist 25598: SILANE, (DIPHENYLMETHYL)TRIMETHYL-

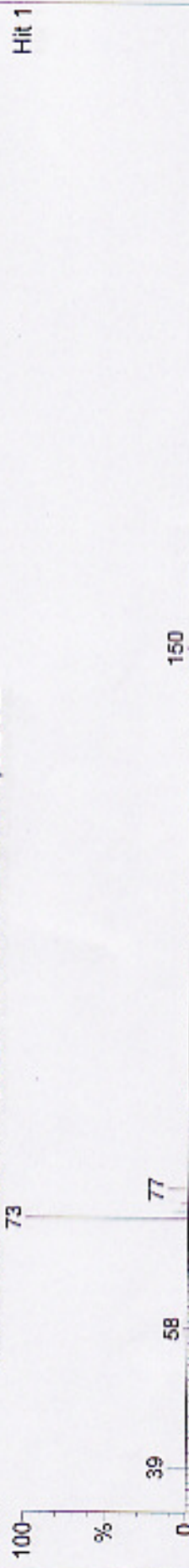


Biji 48 jam 454 (12.324)

2.54e3



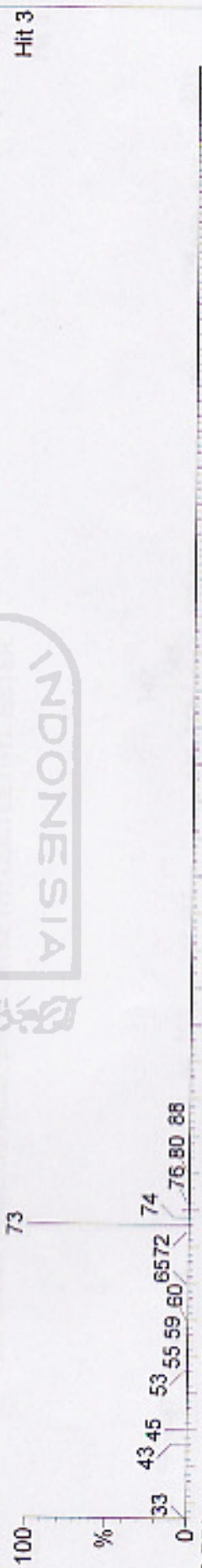
R:825 Nist 26162: TRIMETHYL(3,3-DIFLUORO-2-PROPENYL)SILANE



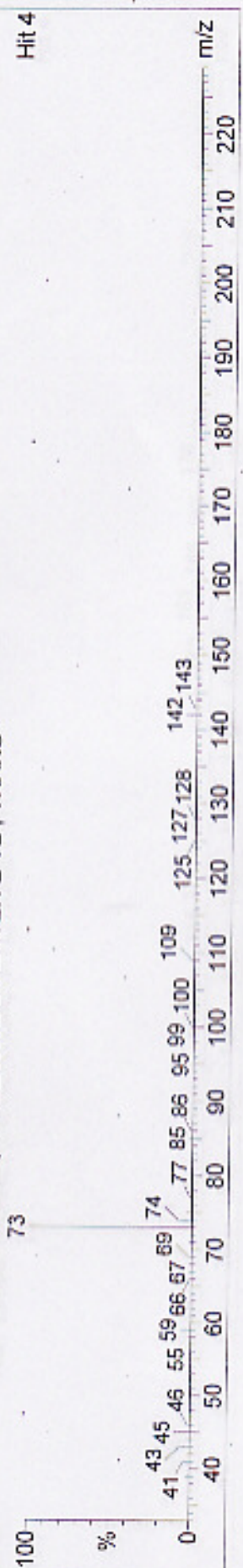
R:787 Nist 26843: MALONIC ACID, BIS(2-TRIMETHYLSILYLETHYL) ESTER



R:781 Nbs 6964: SILANE, TETRAMETHYL-

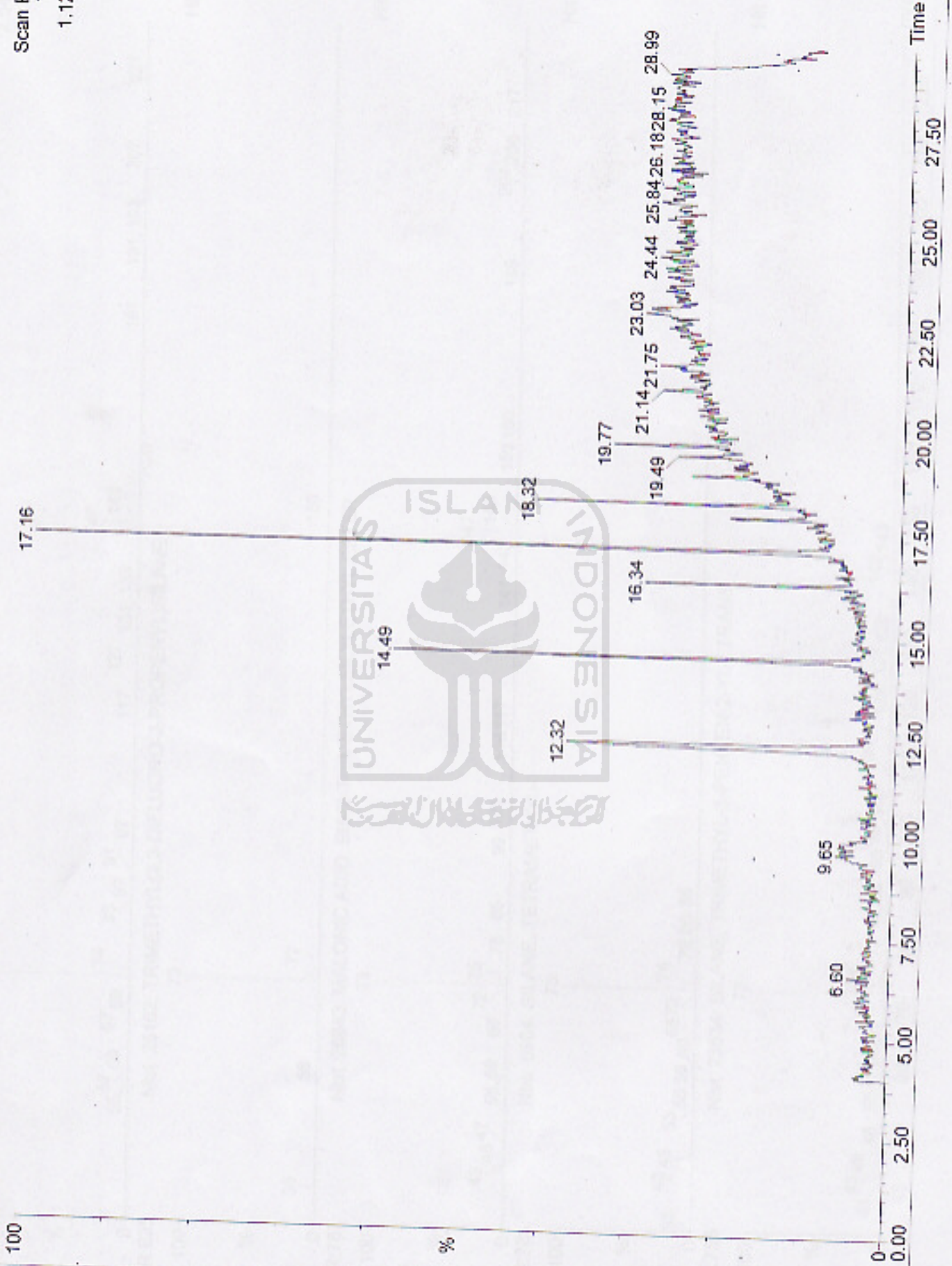


R:758 Nist 25534: SILANE, TRIMETHYL-3-PENTEN-2-YL-, TRANS

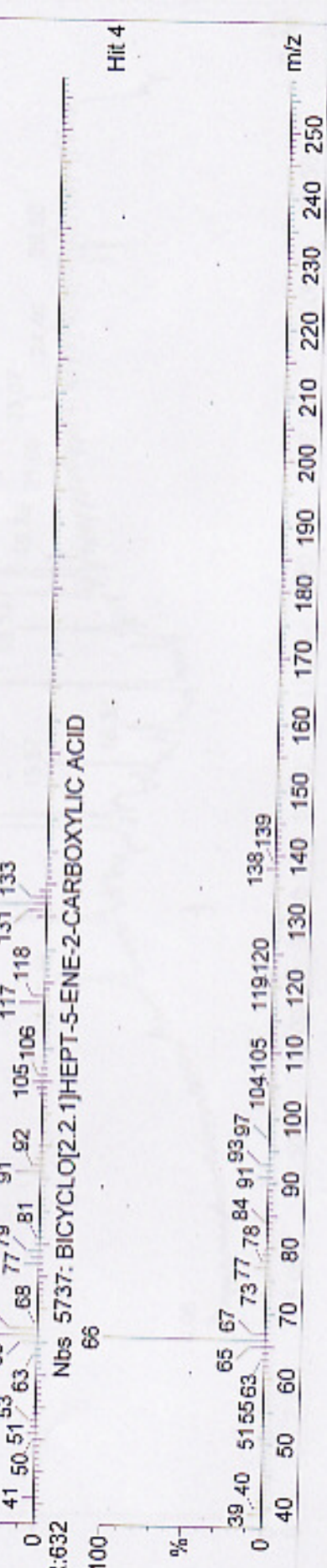
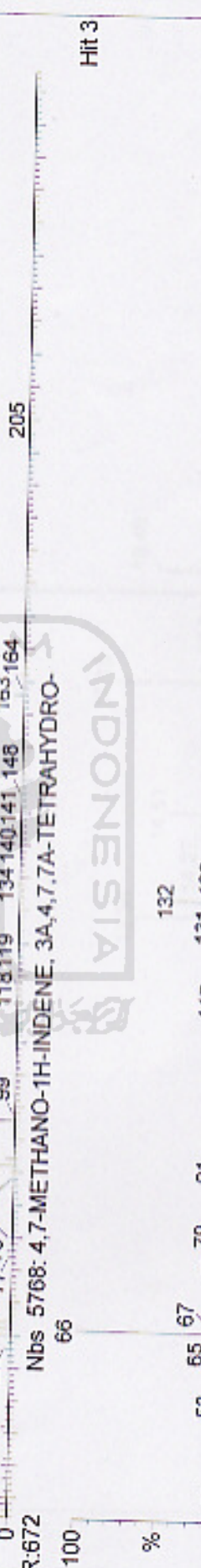
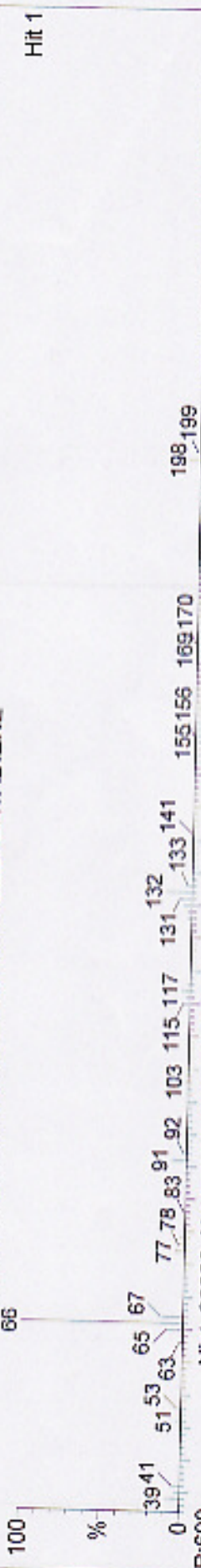
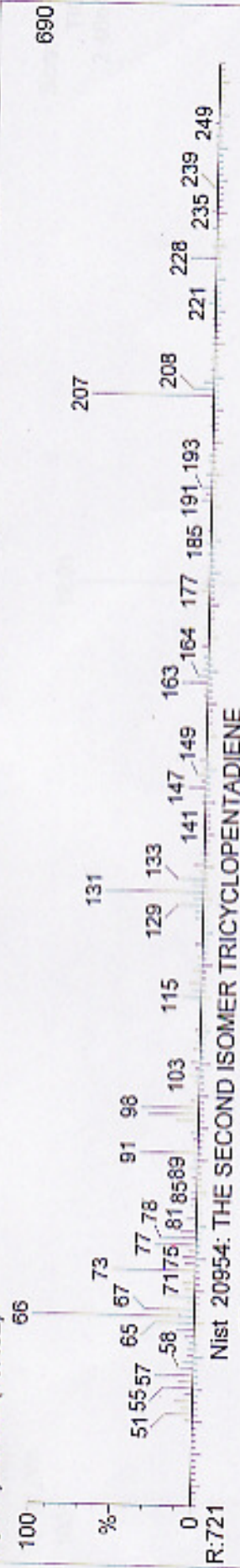


08:24:02
Biji 48 jam

Scan EI+
TIC
1.12e4

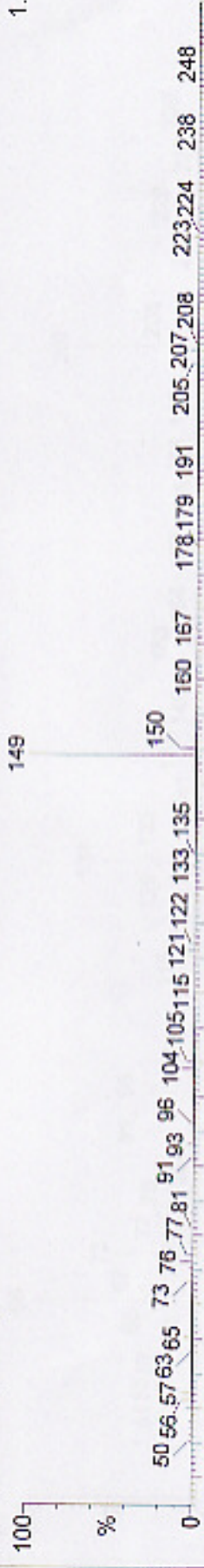


Biji 24 jam 845 (19.492)

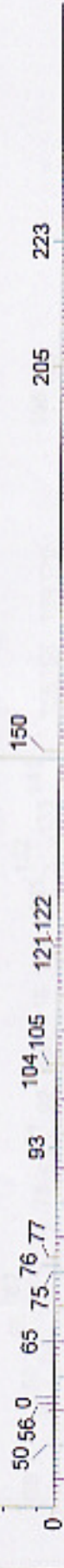


Biji 24 jam 820 (19.034)

1.19e4



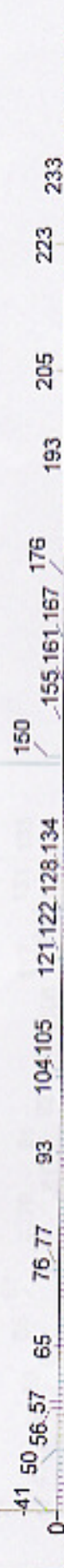
Nbs 15561: DIBUTYL PHTHALATE



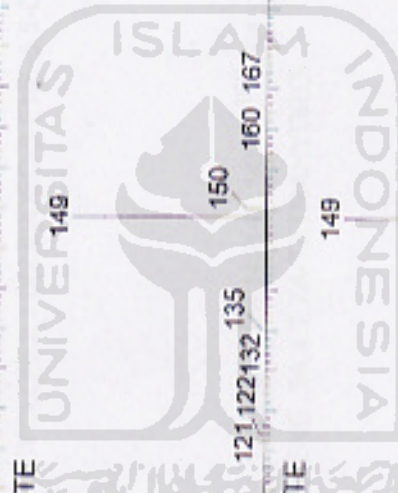
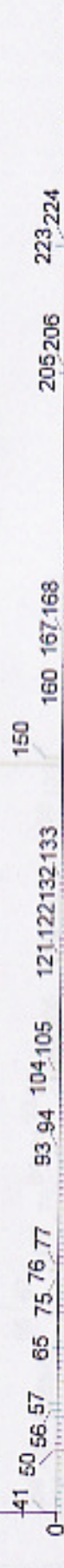
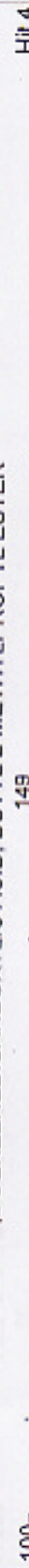
Nist 66999: DIBUTYL PHTHALATE

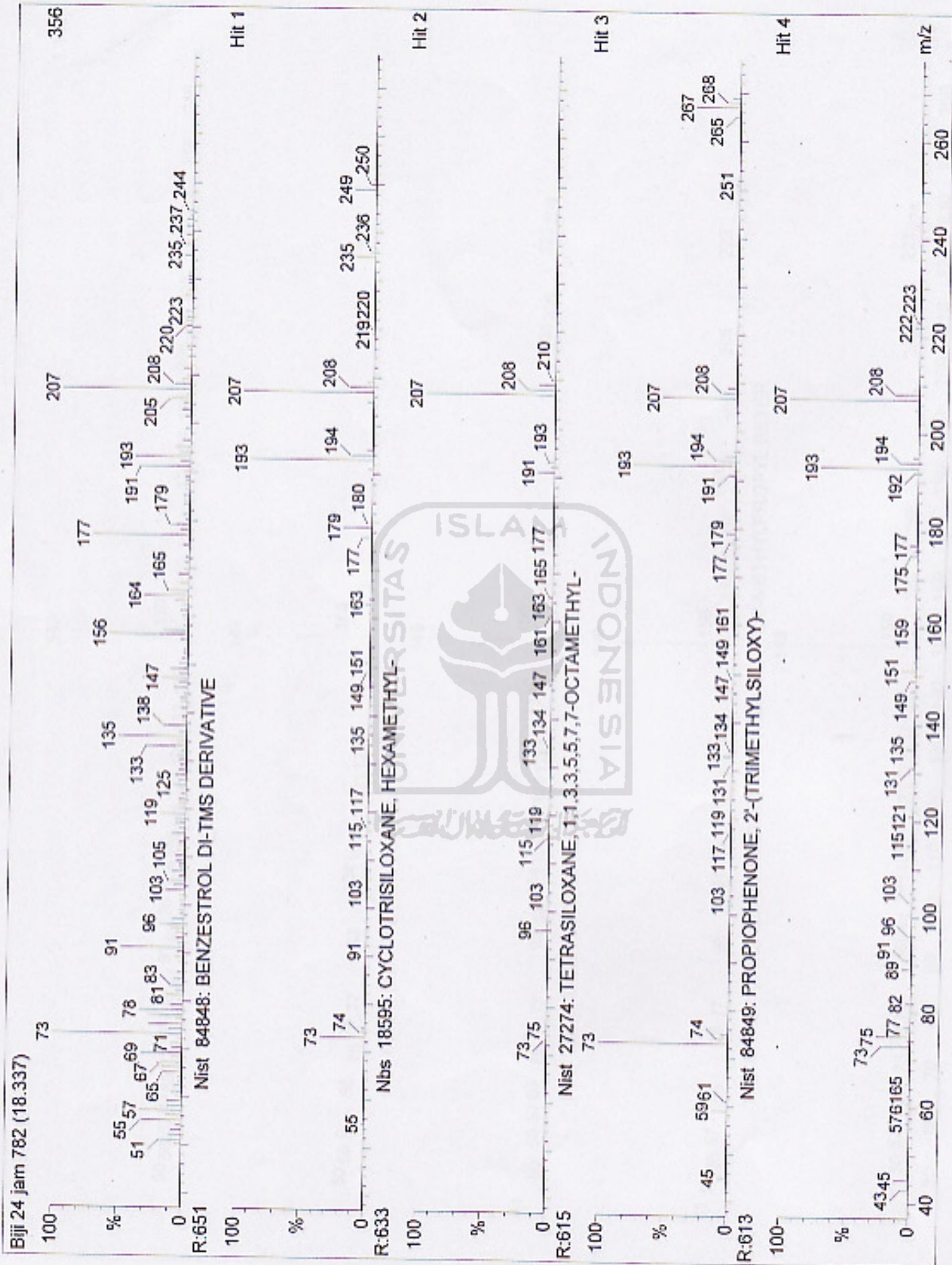


Nbs 15608: DIBUTYL PHTHALATE



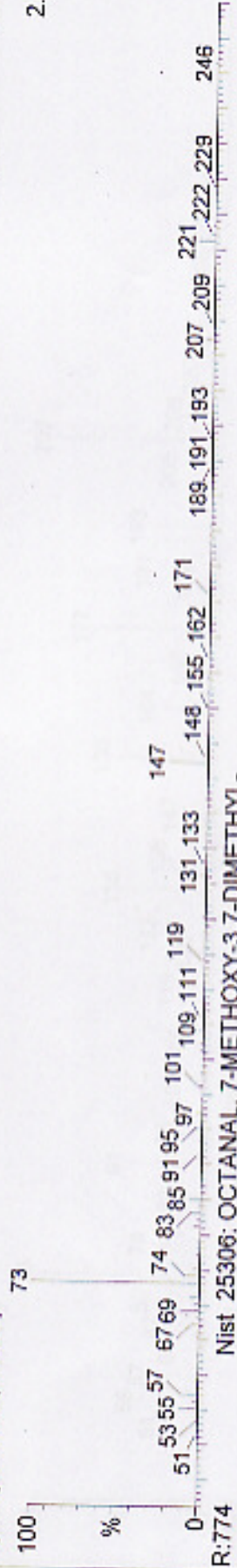
Nist 67019: 1,2-BENZENEDICARBOXYLIC ACID, BUTYL 2-METHYLPROPYL ESTER



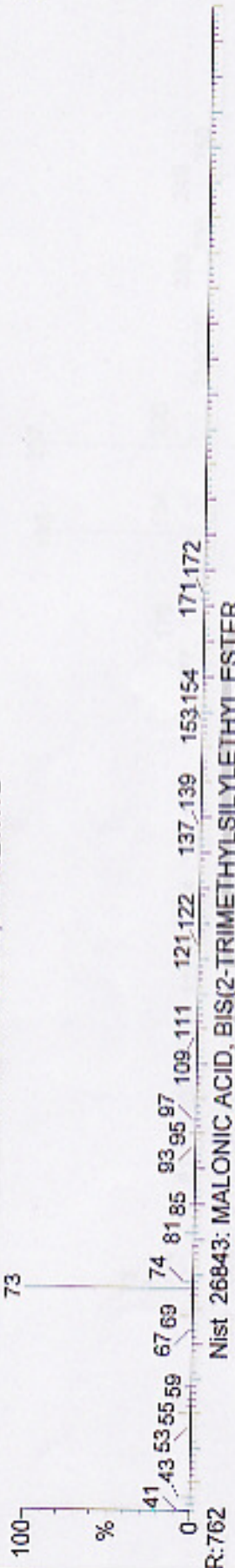


Biji 24 jam 573 (14.506)

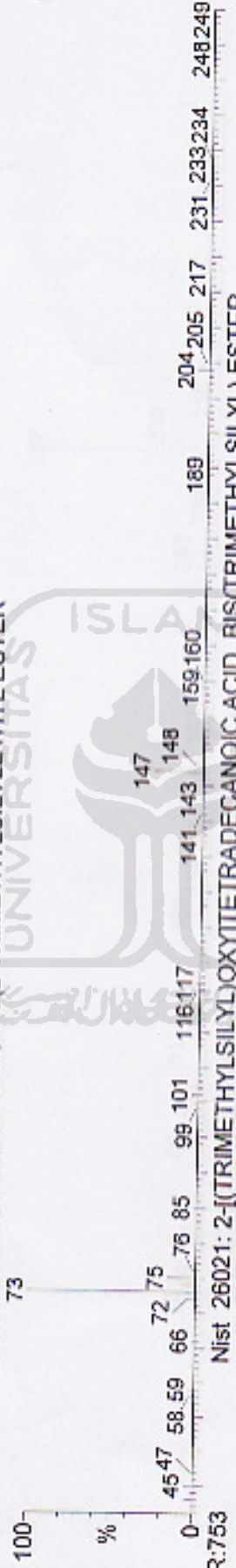
2.43e3



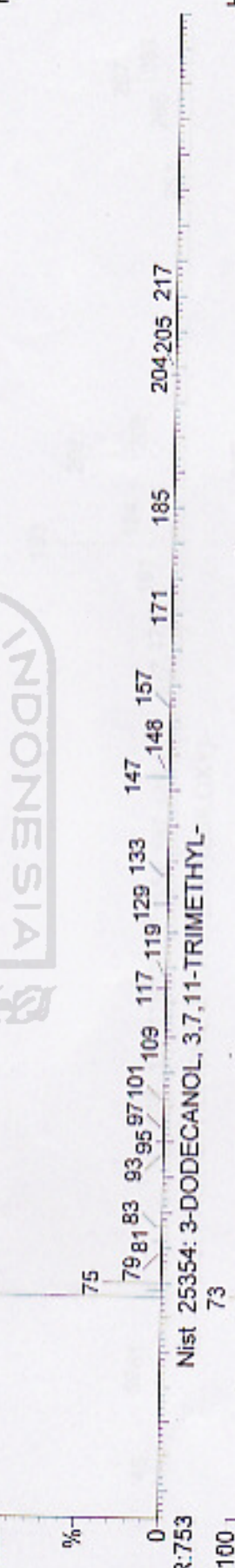
Hit 1



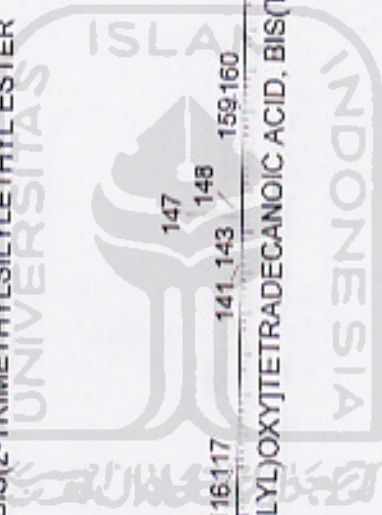
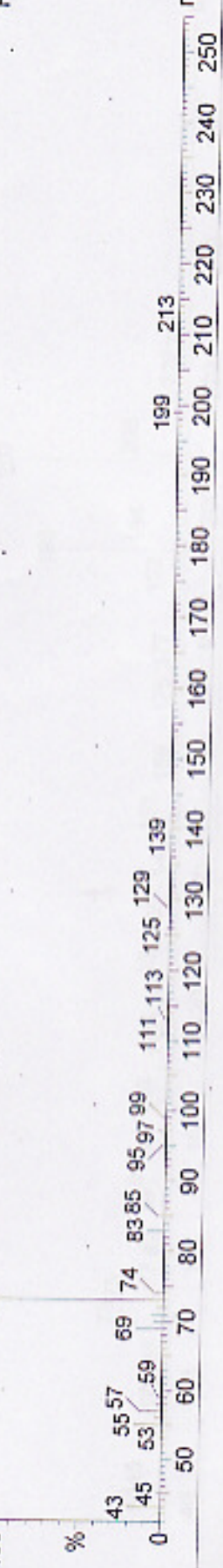
Hit 2



Hit 3

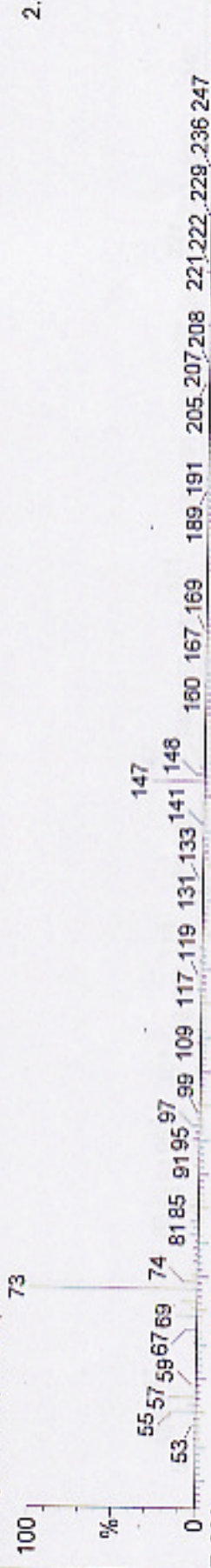


Hit 4

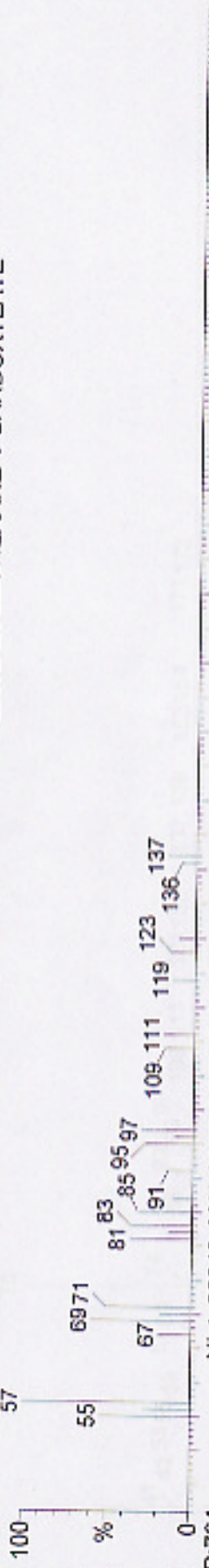


Biji 24 jam 456 (12.360)

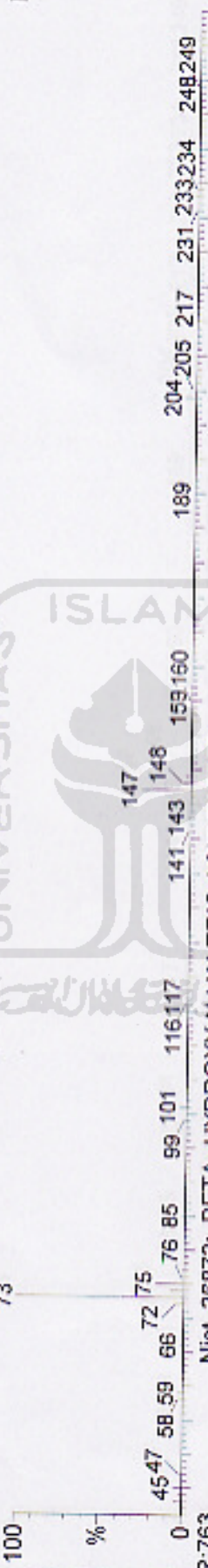
2.47e3



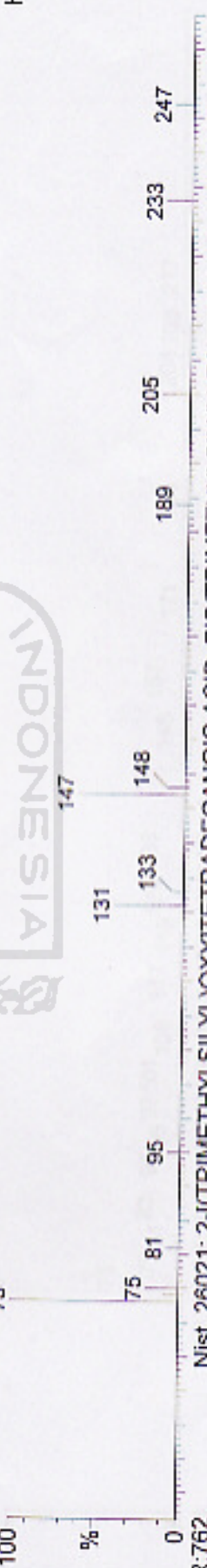
R:893 Nist 16983: METHYL (1S*,2S*,5R*)-1,5-DIMETHYL-2-ETHENYL-CYCLOHEXANE-1-CARBOXYLATE



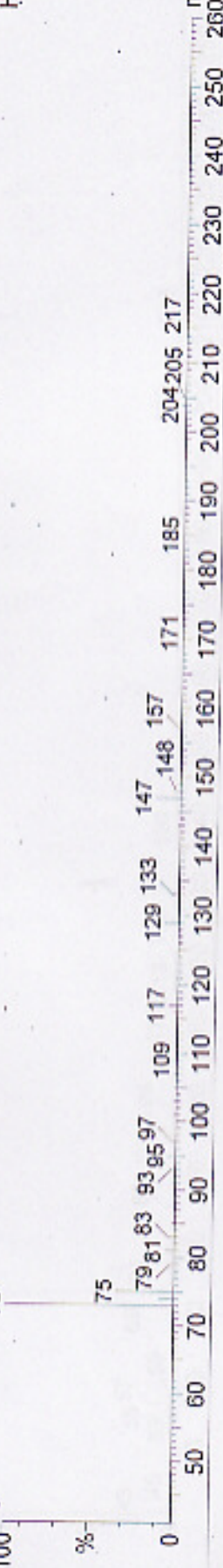
R:764 Nist 26843: MALONIC ACID, BIS(2-TRIMETHYLSILYLETHYL) ESTER



R:763 Nist 26872: BETA-HYDROXY-N-VALERIC ACID DI-TMS

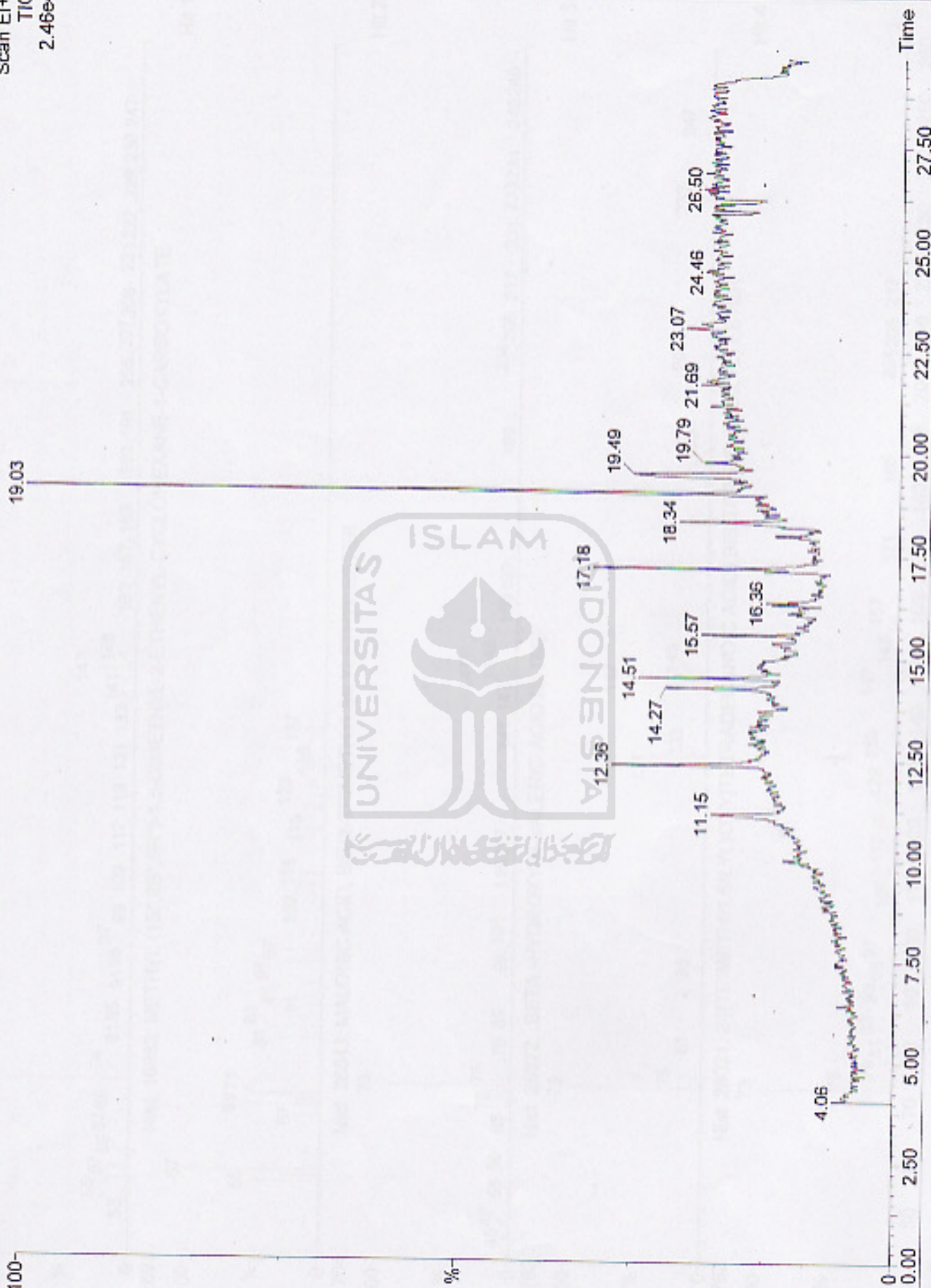


R:762 Nist 26021: 2-[(TRIMETHYLSILYL)OXY]TETRADECANOIC ACID, BIS(TRIMETHYLSILYL) ESTER



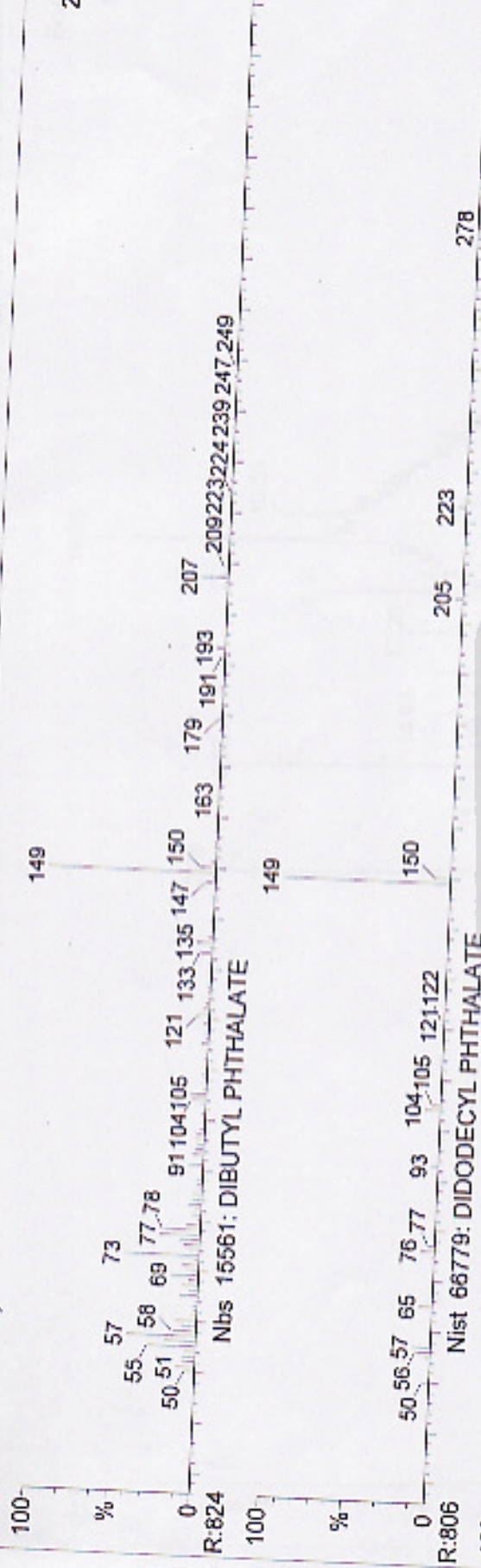
07:28:03
Biji 24 jam

Scan EI+
TIC
2.46e4

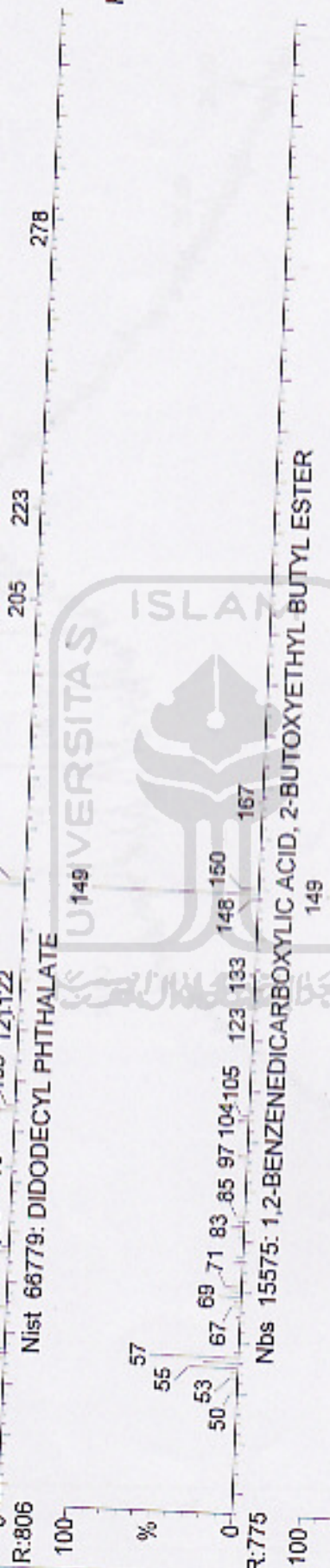


Biji 0 jam 821 (19.052)

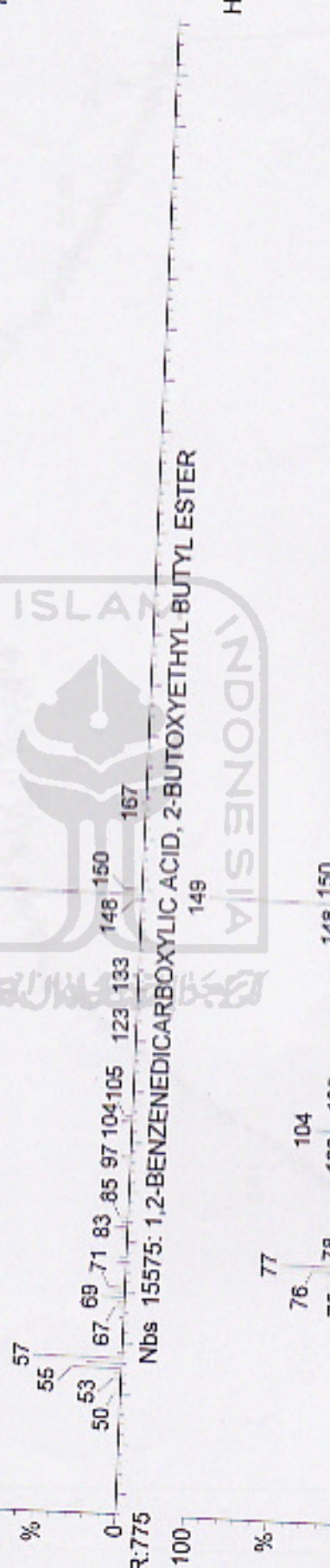
2.47e3



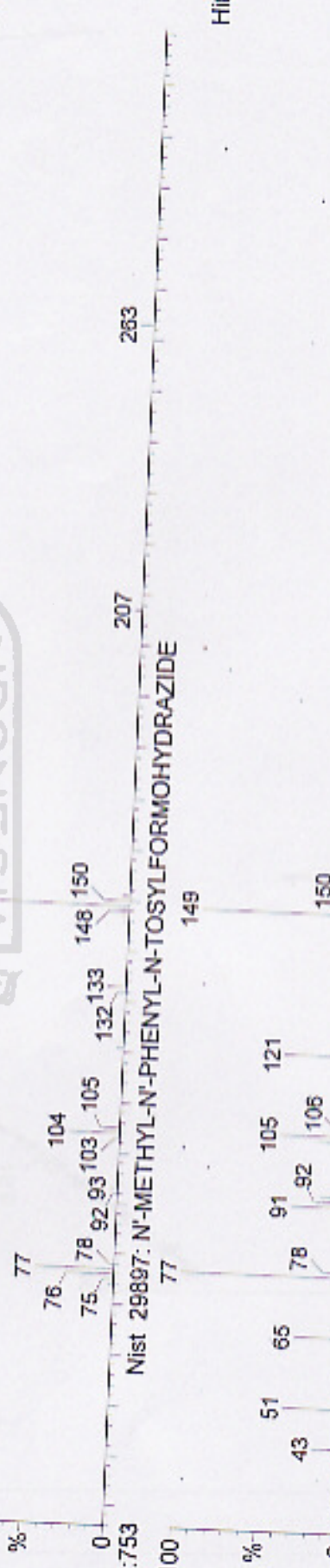
Nbs 15561: DIBUTYL PHTHALATE



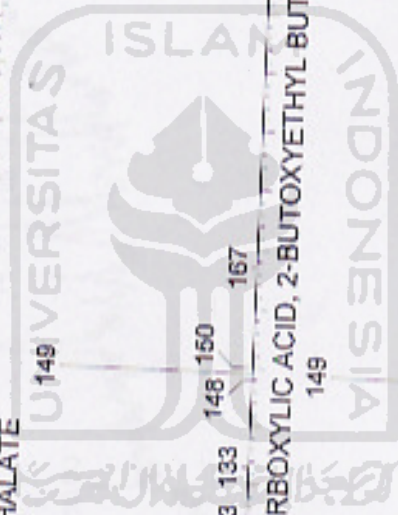
Nist 66779: DIDODECYL PHTHALATE



Nbs 15575: 1,2-BENZENEDICARBOXYLIC ACID, 2-BUTOXYETHYL BUTYL ESTER

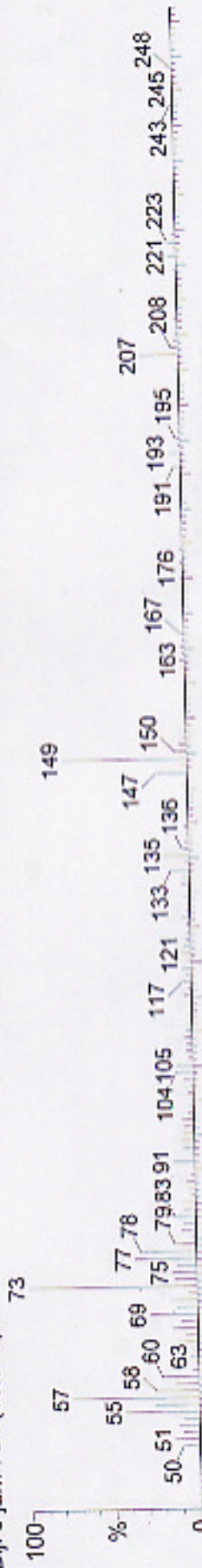


Nist 29897: N'-METHYL-N-PHENYL-N-TOSYLFORMOHAZIDE

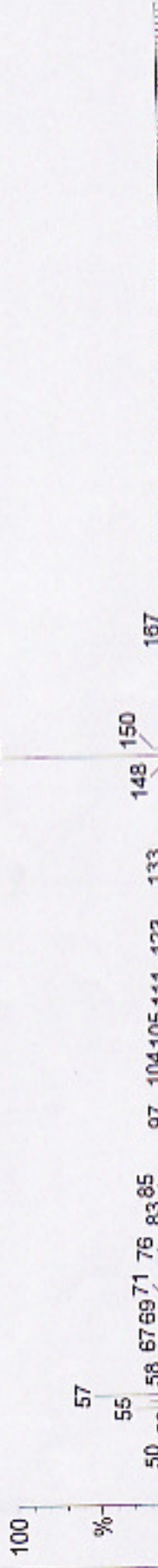


1.31e3

Biji 0 jam 764 (18.007)



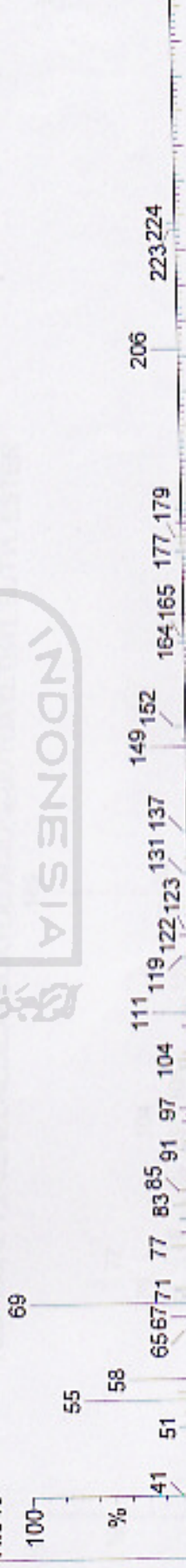
R:785 Hit 1



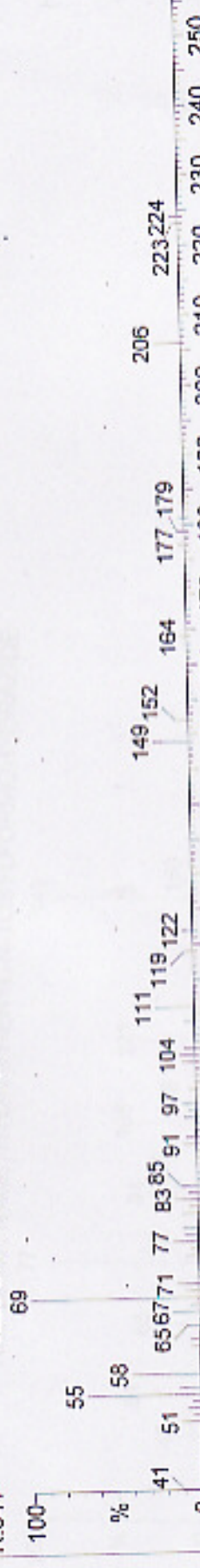
R:684 Hit 2



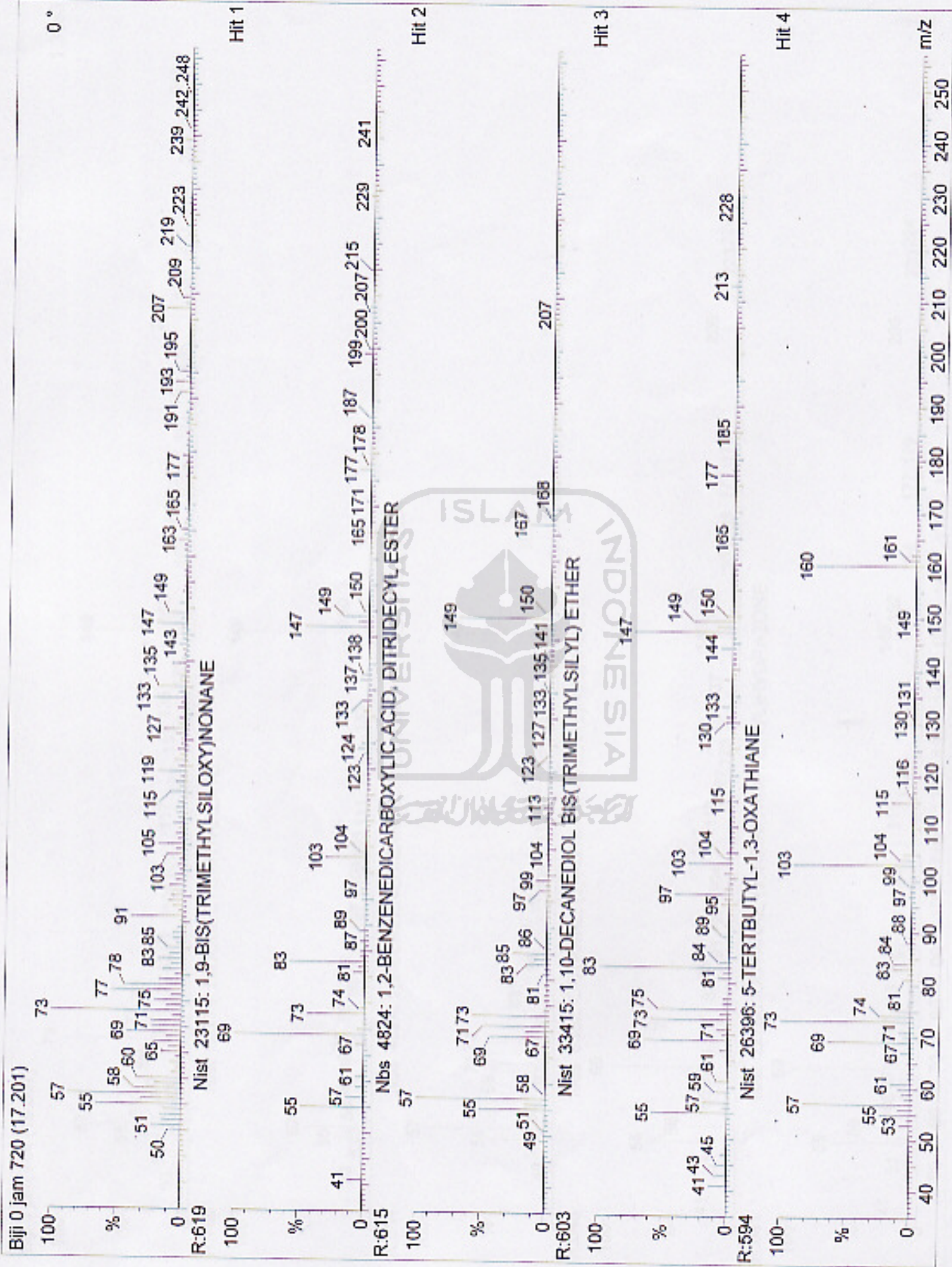
R:648 Hit 3



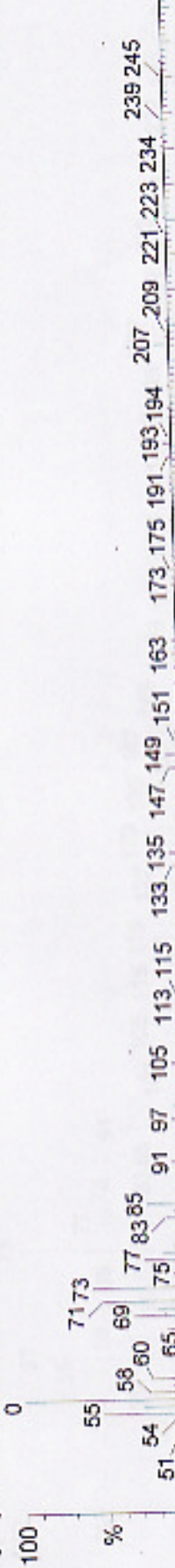
R:641 Hit 4



R:641 Hit 4

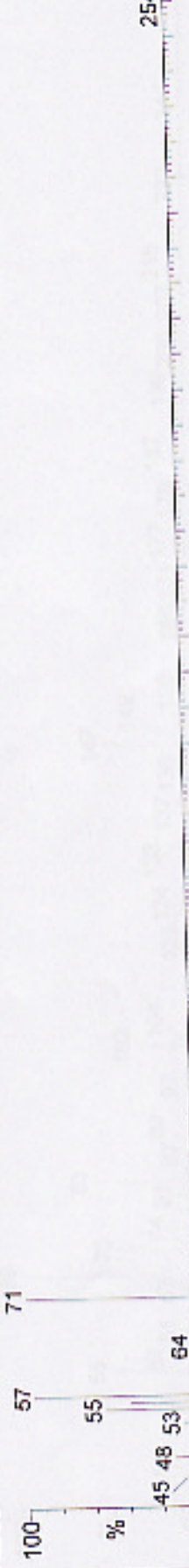


Biji 0 jam 596 (14.927)



Nist 24554: 2,2-DIMETHYL-PROPYL 2,2-DIMETHYL-PROPANESULFINYL SULFONE

R:909



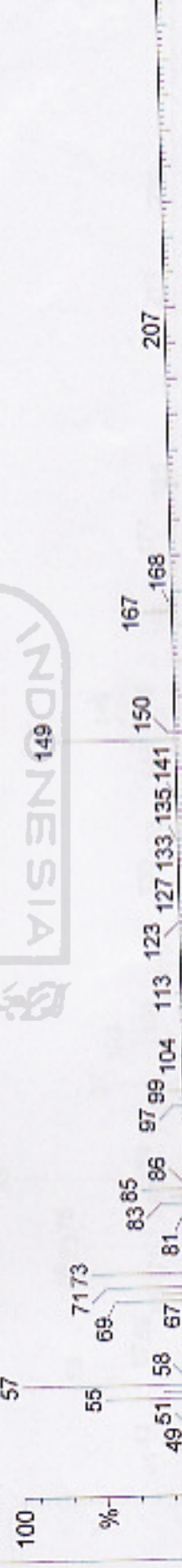
Nist 16780: DODECANE, 1-FLUORO-

R:830



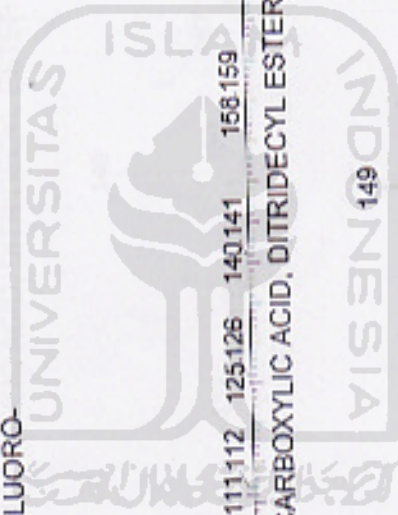
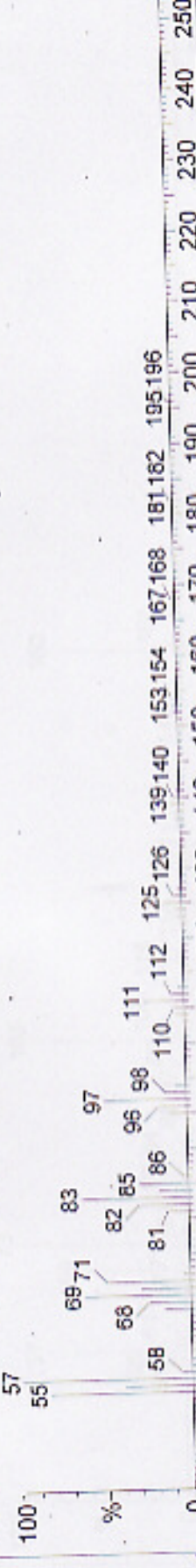
Nbs 4824: 1,2-BENZENEDICARBOXYLIC ACID, DITRIDECYL ESTER

R:790



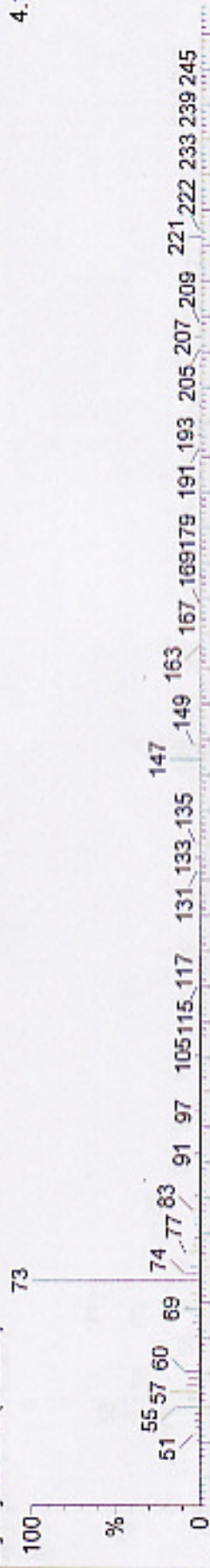
Nist 16786: 1-DOTRIACANTANOL

R:782



Biji 0 jam 574 (14.524)

4.11e3



R:791 Nist 26169: 4-CYCLOHEXENE-1,2-DICARBOXYLIC ACID, 4-CHLORO-, BIS(TRIMETHYLSILYL) ESTER

Hit 1



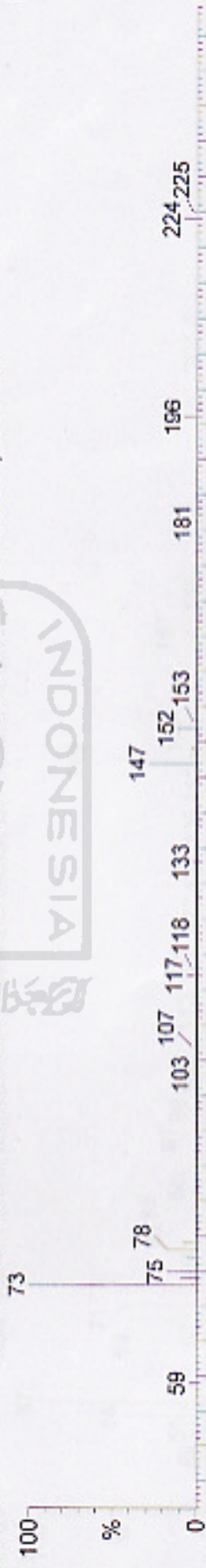
R:787 Nist 26843: MALONIC ACID, BIS(2-TRIMETHYLSILYLETHYL) ESTER

Hit 2



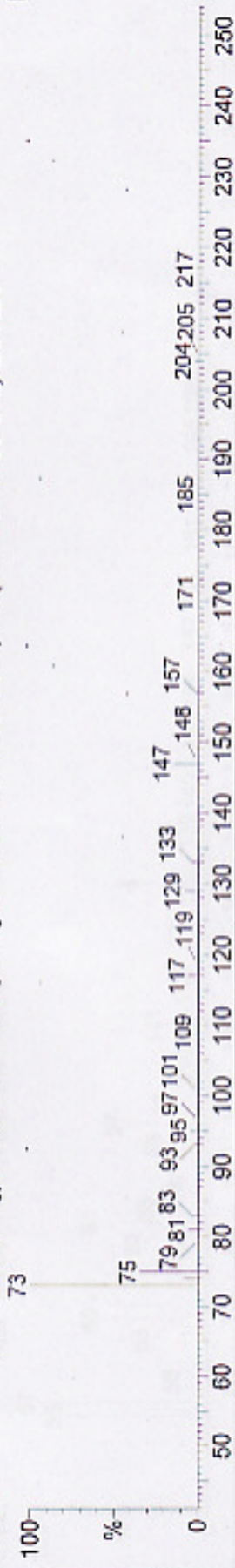
R:774 Nist 26838: 4-CYCLOHEXENE-1,2-DICARBOXYLIC ACID, BIS(TRIMETHYLSILYL) ESTER

Hit 3



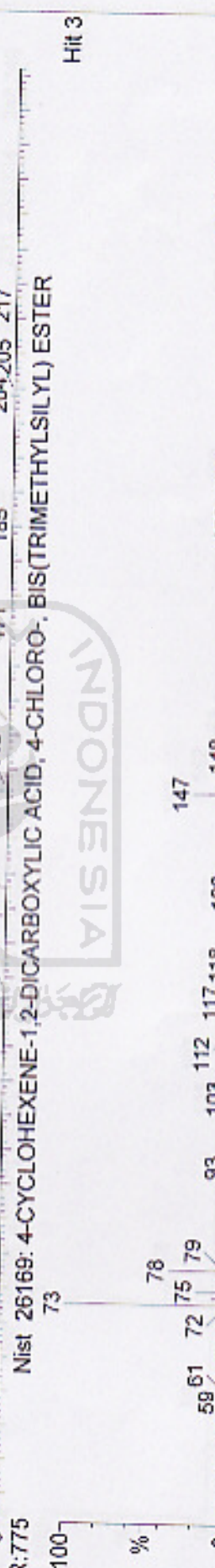
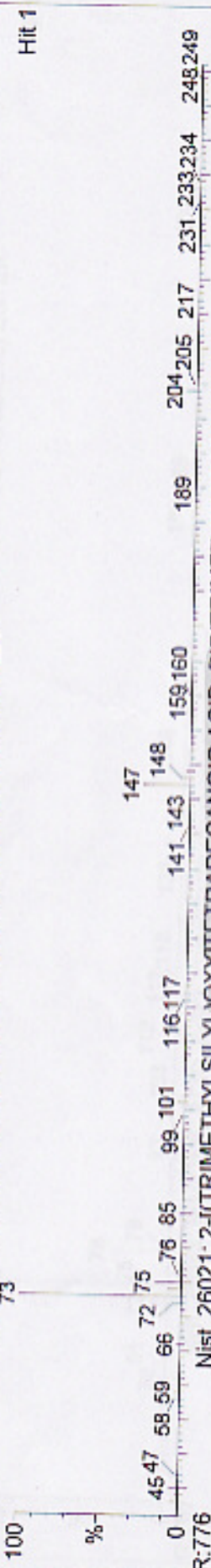
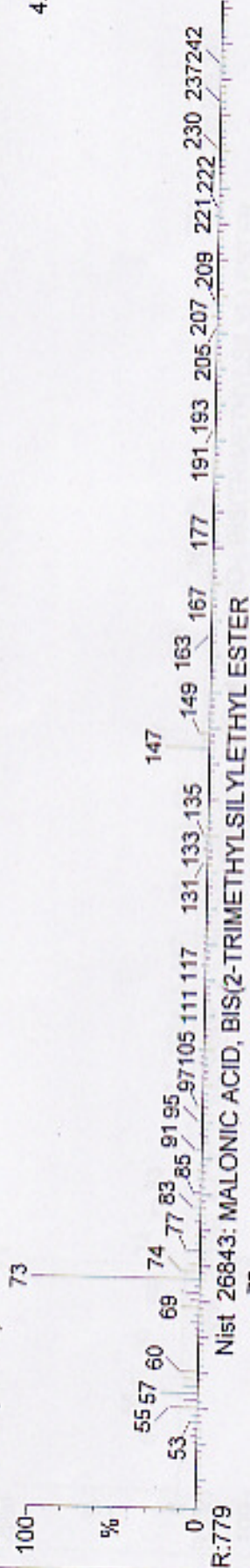
R:769 Nist 26021: 2-[(TRIMETHYLSILYL)OXY]TETRADECANOIC ACID, BIS(TRIMETHYLSILYL) ESTER

Hit 4



Biji 0 jam 457 (12.379)

4.07e3

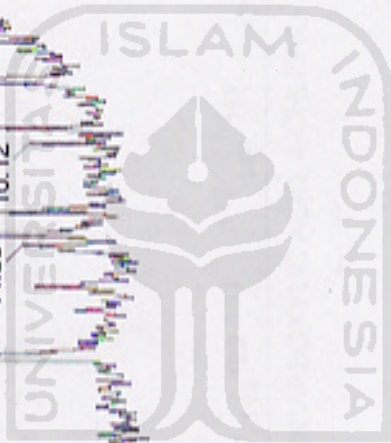
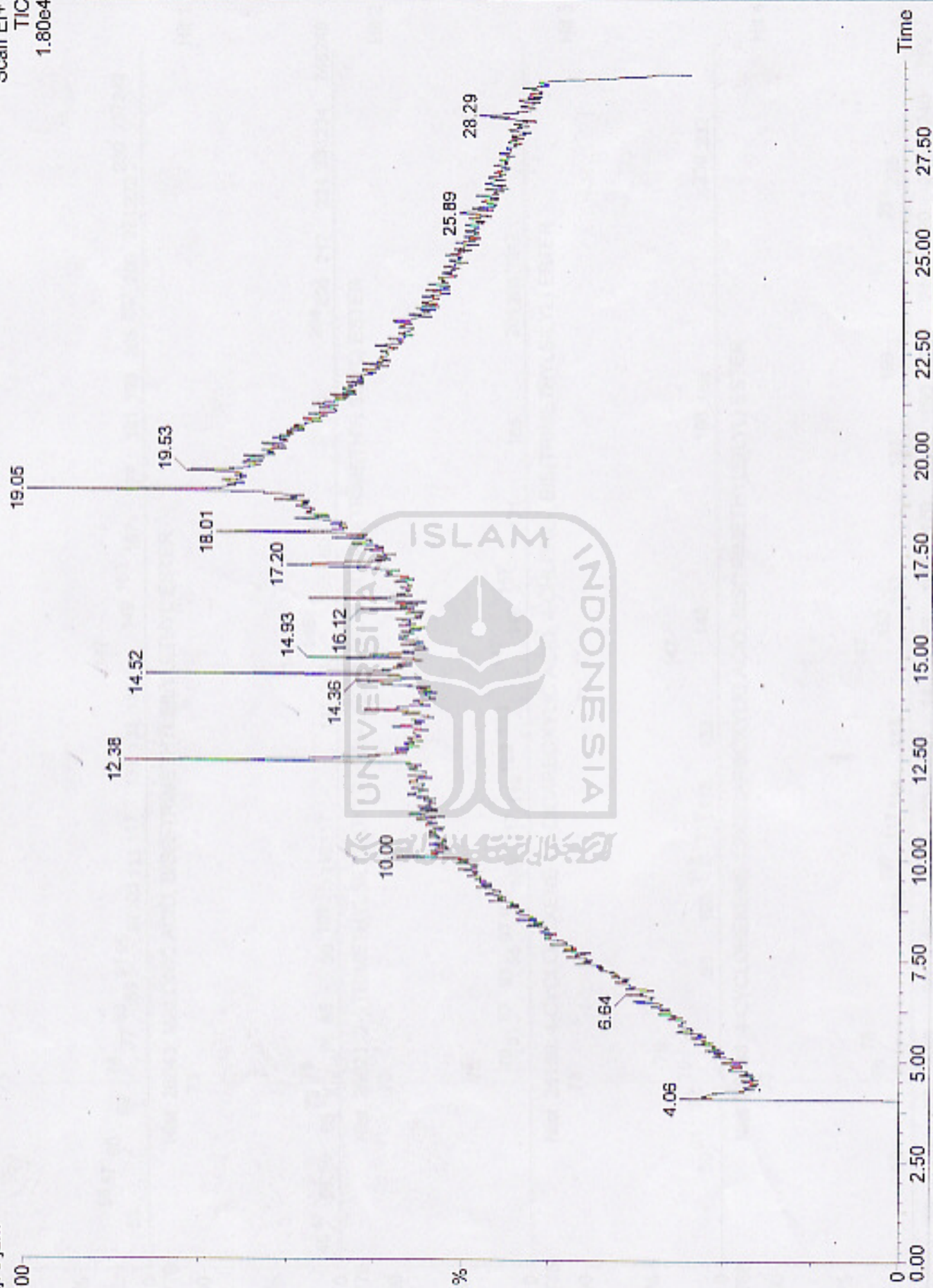


10:52:15

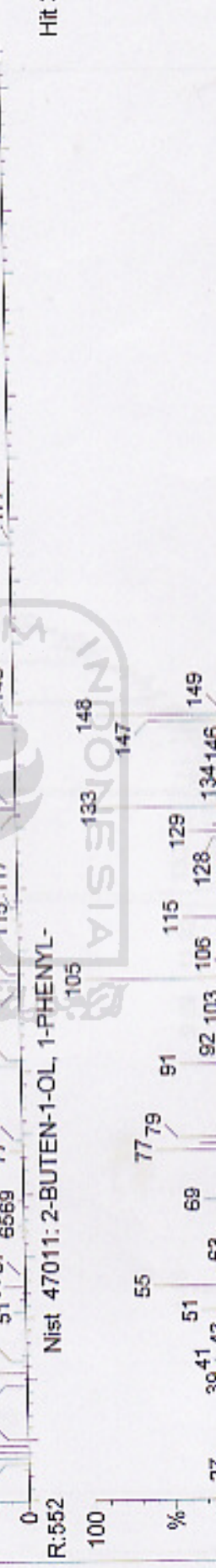
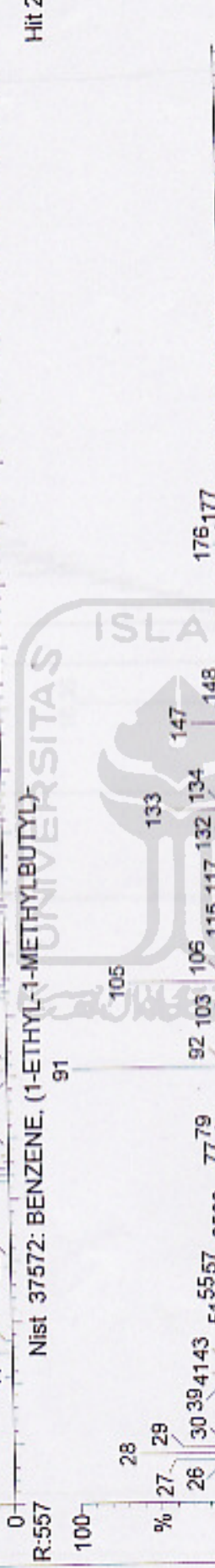
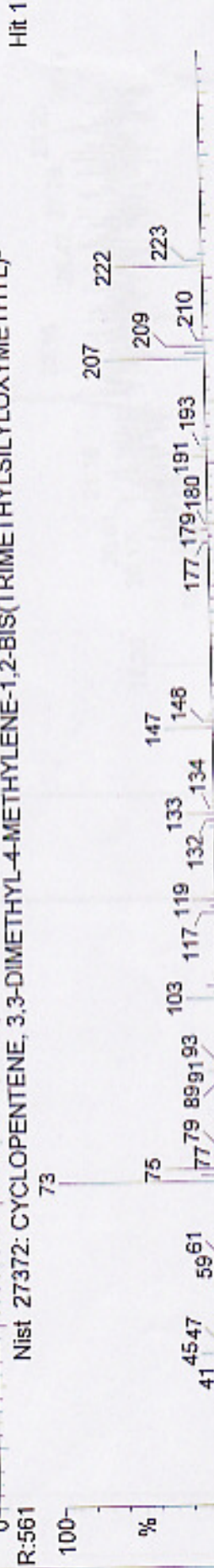
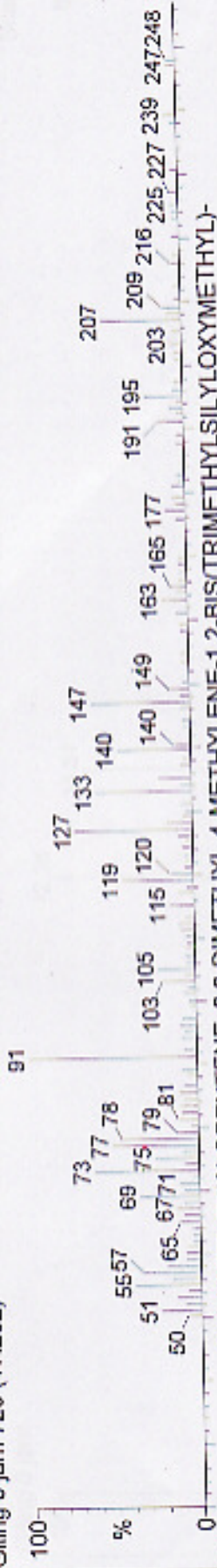
Biji 0 jam

100

Scan EI+
TIC
1.80e4

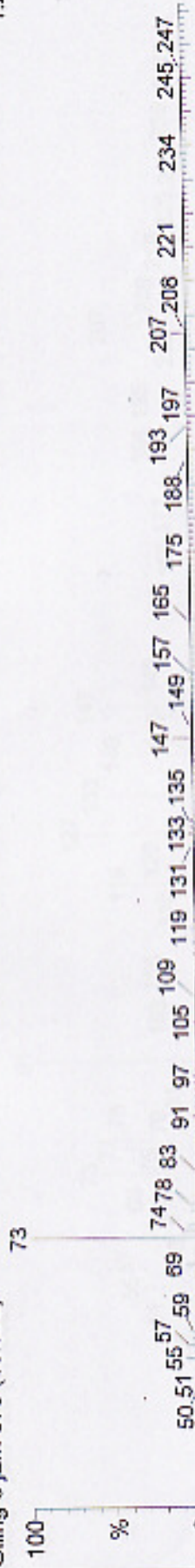


Giling 0 jam 720 (17.202)



Giling 0 jam 675 (16.376)

1.28e3



R:875 Nist 26162: TRIMETHYL(3,3-DIFLUORO-2-PROPENYL)SILANE



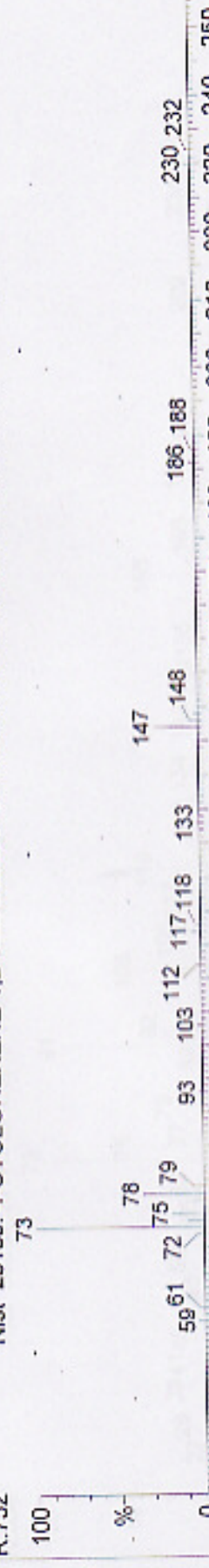
R:773 Nist 25346: 1,3-DIOXOLANE, 2-PENTADECYL



R:757 Nist 25598: SILANE, (DIPHENYLMETHYL)TRIMETHYL-

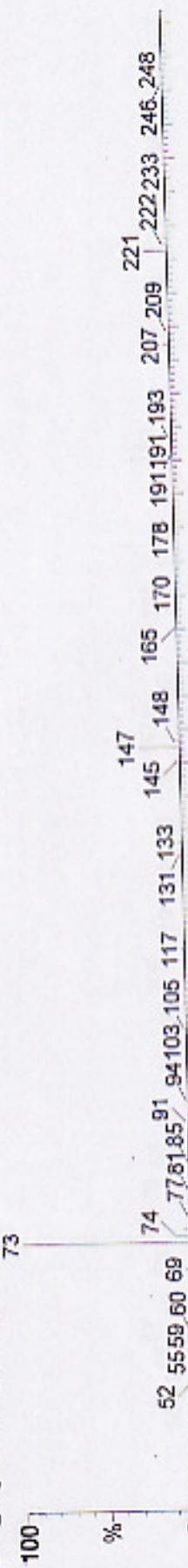


R:752 Nist 26169: 4-CYCLOHEXENE-1,2-DICARBOXYLIC ACID, 4-CHLORO-, BIS(TRIMETHYLSILYL) ESTER



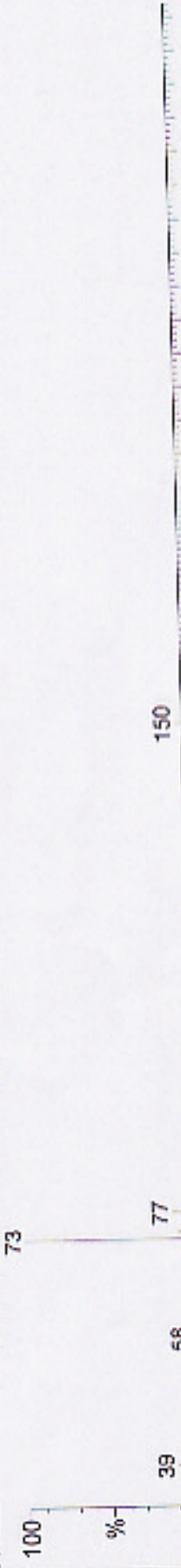
Gliling 0 jam 573 (14.506)

0 °C



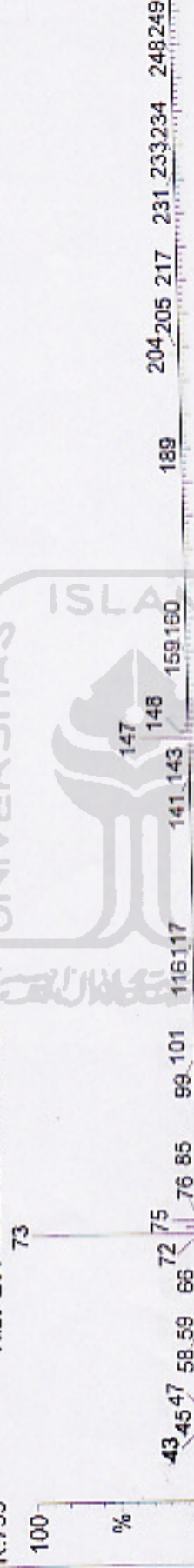
Nist 26162: TRIMETHYL(3,3-DIFLUORO-2-PROPENYL)SILANE

Hit 1



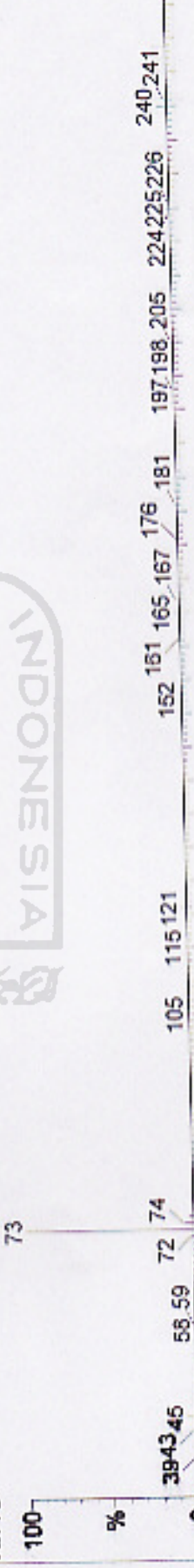
Nist 26843: MALONIC ACID, BIS(2-TRIMETHYLSILYLETHYLESTER

Hit 2



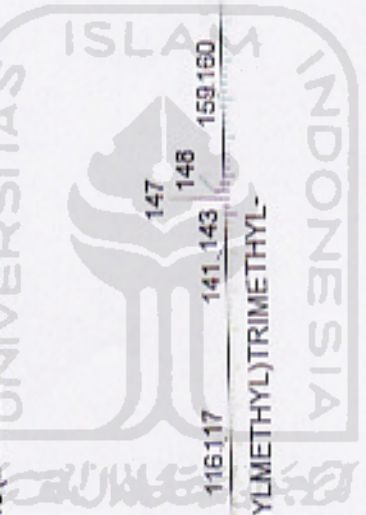
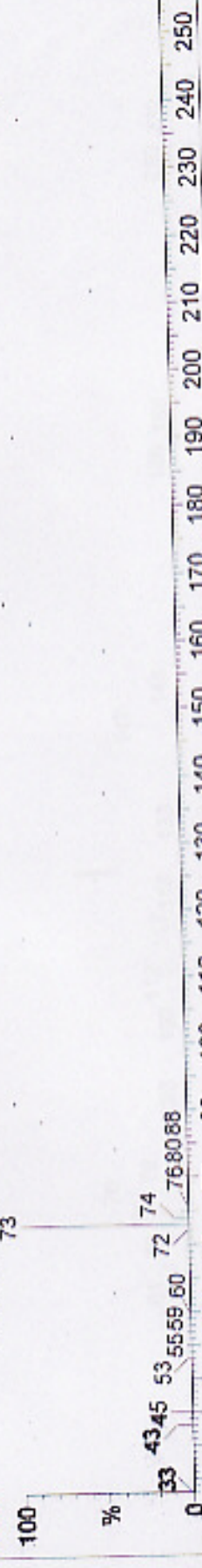
Nist 25598: SILANE, (DIPHENYLMETHYL)TRIMETHYL-

Hit 3



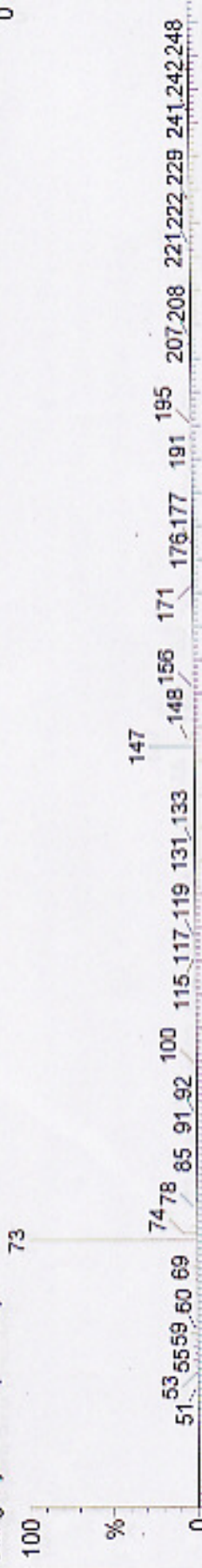
Nbs 6964: SILANE, TETRAMETHYL-

Hit 4

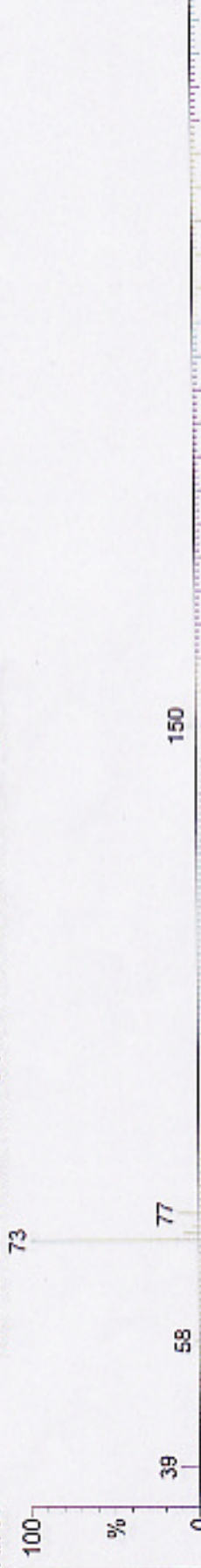


Giling 0 jam 456 (12.360)

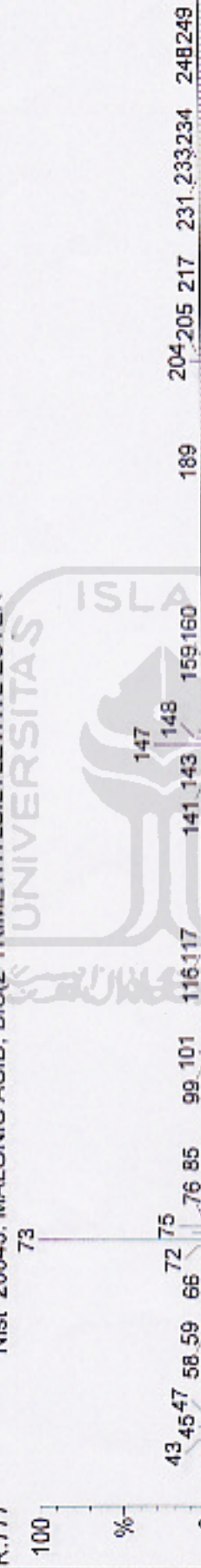
0 °C D1



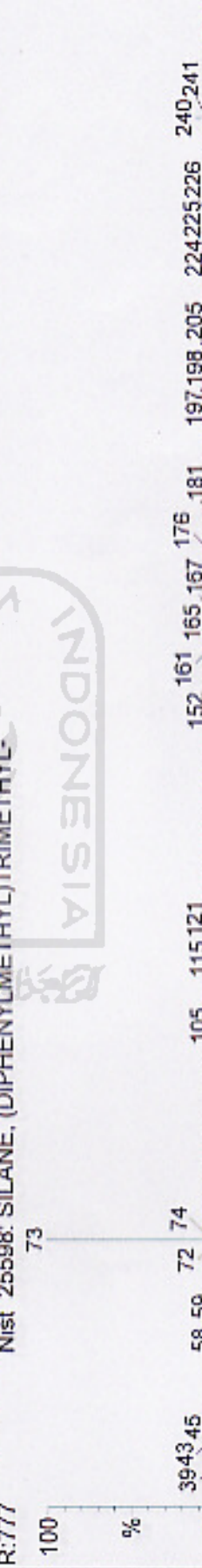
R:793 Nist 26162: TRIMETHYL(3,3-DIFLUORO-2-PROPENYL)SILANE



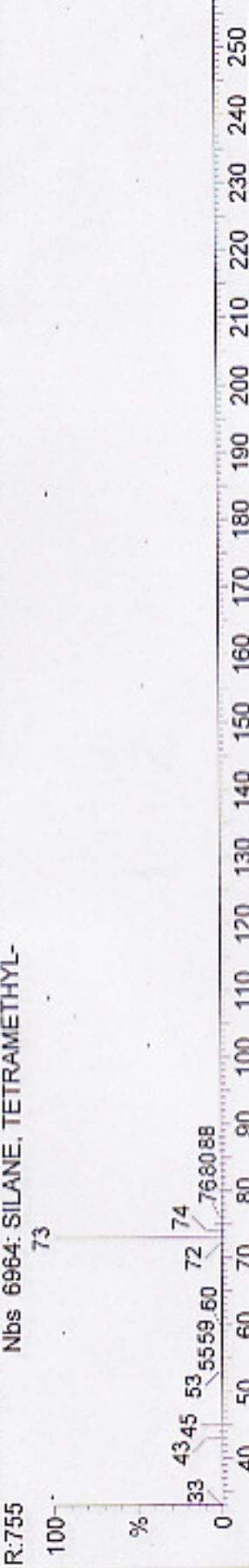
R:777 Nist 26843: MALONIC ACID, BIS(2-TRIMETHYLSILYLETHYLESTER



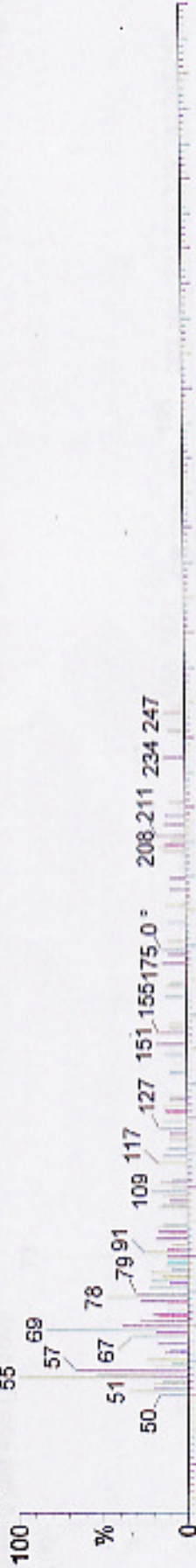
R:777 Nist 25598: SILANE, (DIPHENYLMETHYL)TRIMETHYL-



R:755 Nbs 6964: SILANE, TETRAMETHYL-



Gliling 0 jam 10 (4.183)



R: 835 Nist 23920: HEPTYL 2,2-DIHYDROPERFLUORONONANOATE

Hit 1



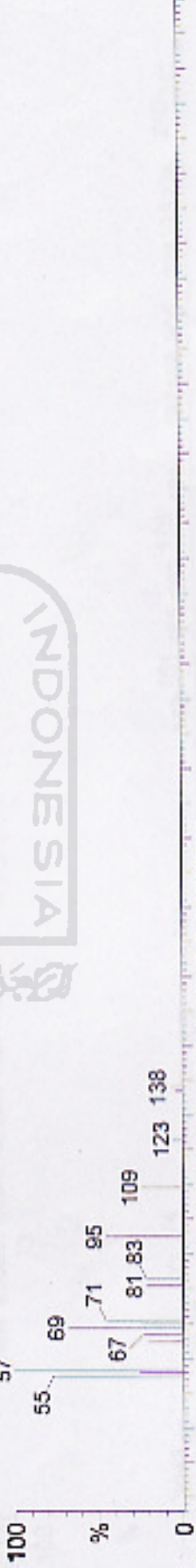
R: 805 Nist 15276: HEPTYL 2,2-DIHYDROPERFLUOROHEPTANOATE

Hit 2



R: 729 Nist 16777: 3-METHYL-2-(2-OXOPROPYL)FURAN

Hit 3



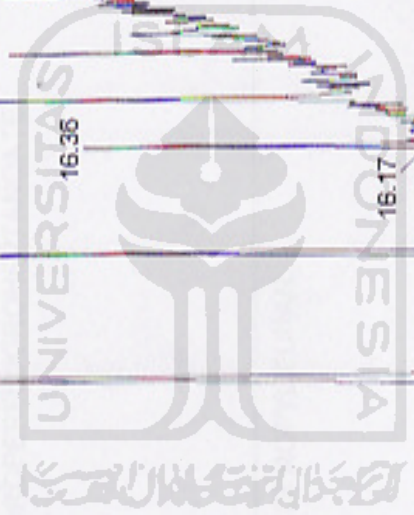
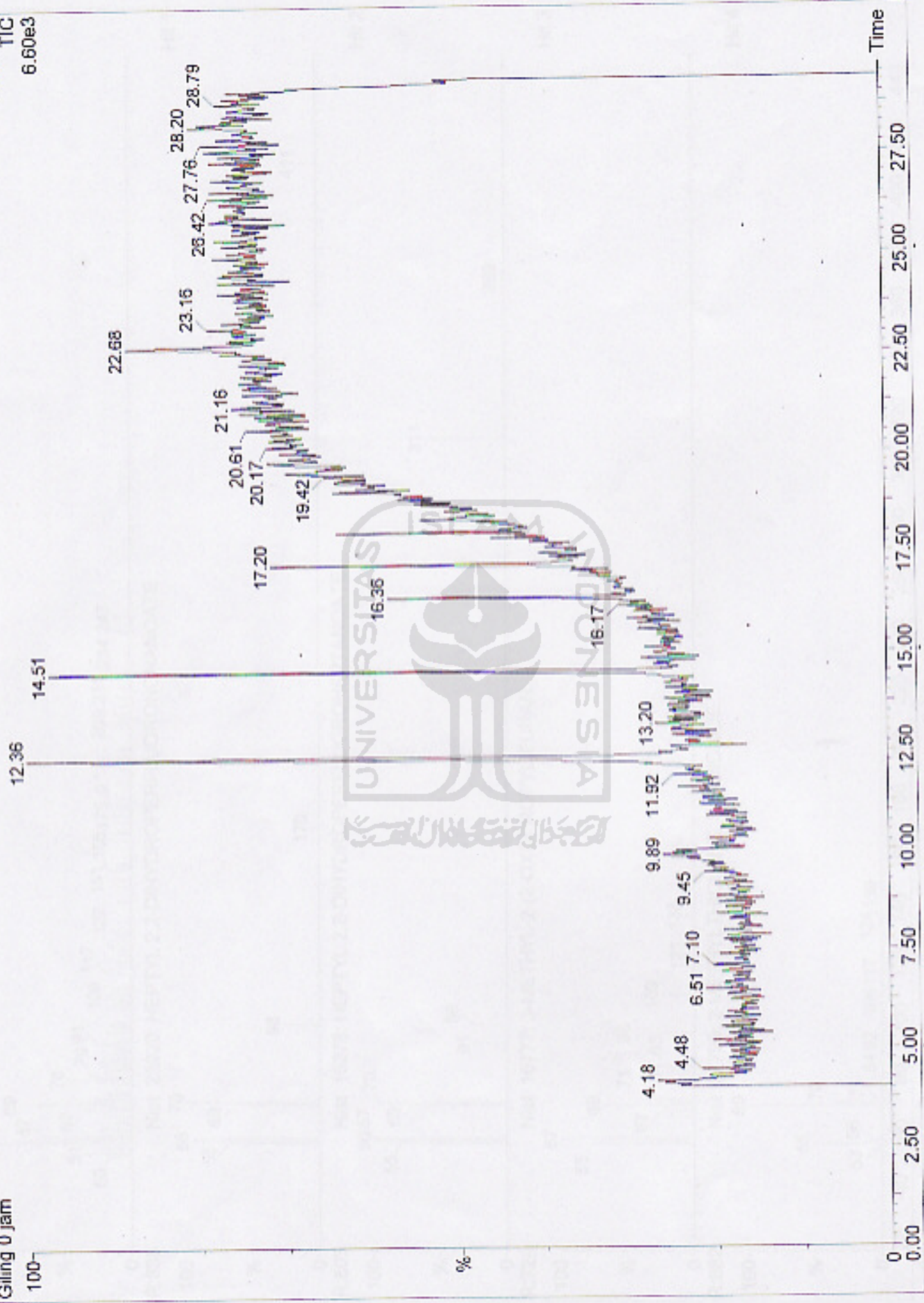
R: 682 Nist 22799: 2-METHYLTHIOLANE, S,S-DIOXIDE

Hit 4

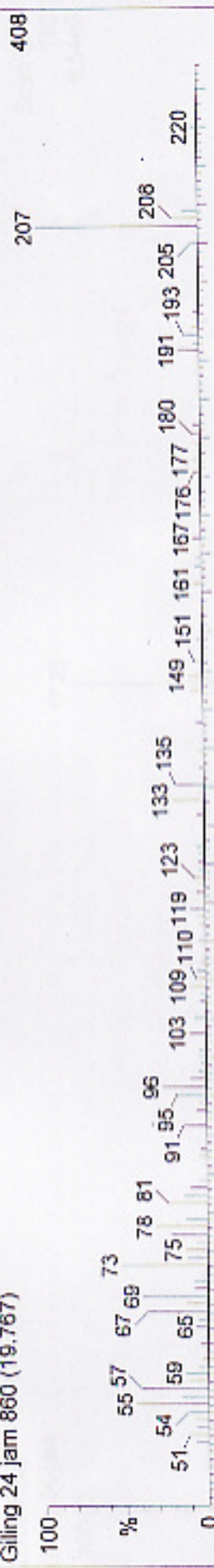


11:38:52
Giling 0 jam

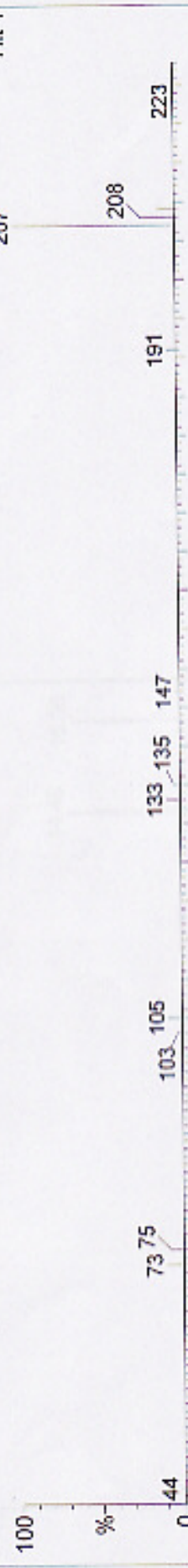
Scan E1+
TIC
6.60e3



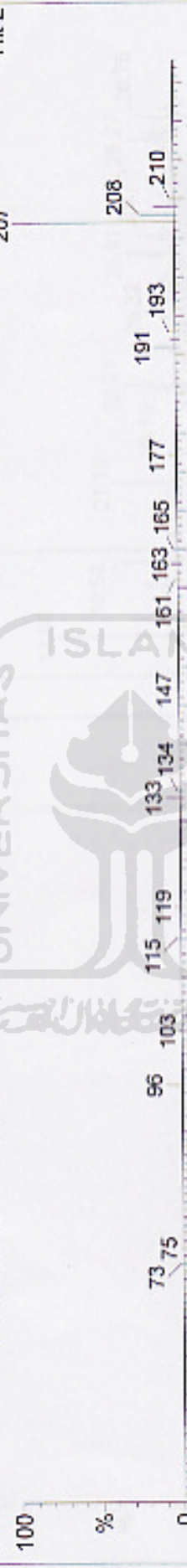
Giling 24 jam 860 (19.767)



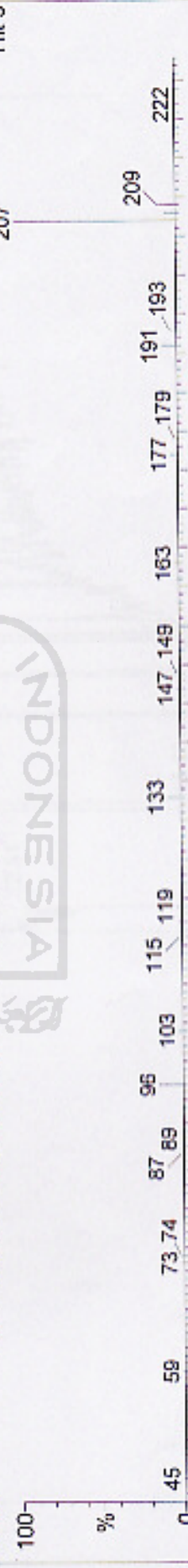
R:828 Nist 84872: ARSENOUS ACID, TRIS(TRIMETHYLSILYL) ESTER



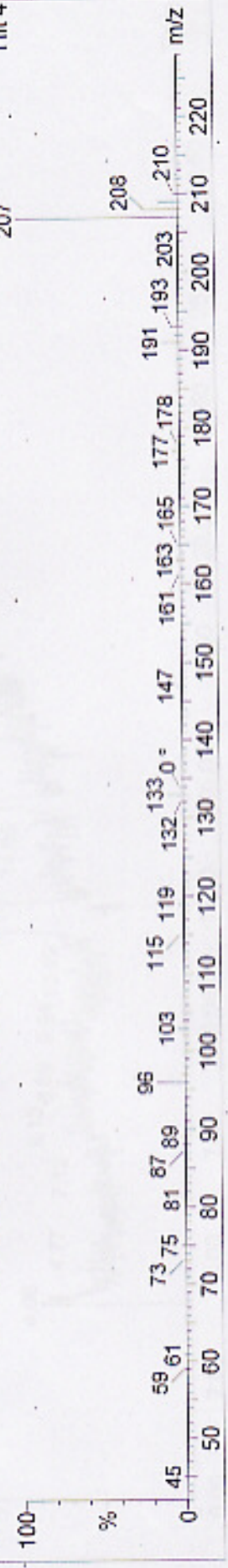
R:740 Nbs 18595: CYCLOTRILOXANE, HEXAMETHYL-



R:739 Nbs 18575: CYCLOTRILOXANE, HEXAMETHYL-

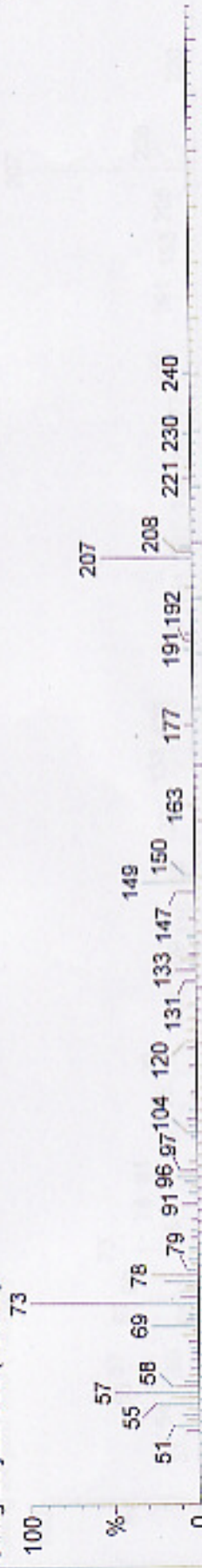


R:704 Nbs 18594: CYCLOTRILOXANE, HEXAMETHYL-

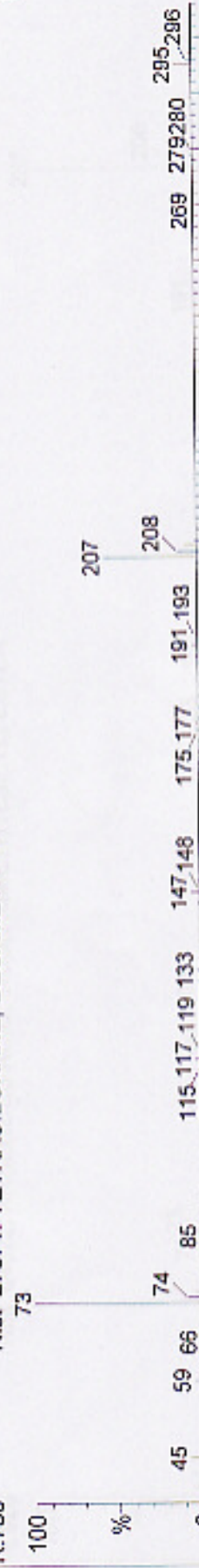


Giling 24 jam 766 (18.044)

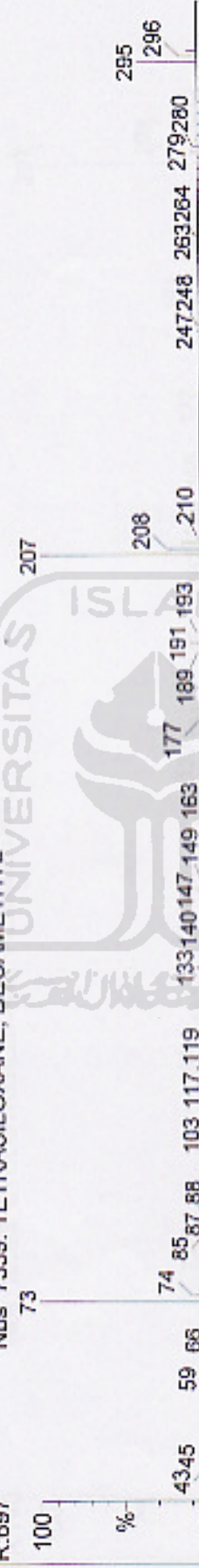
336



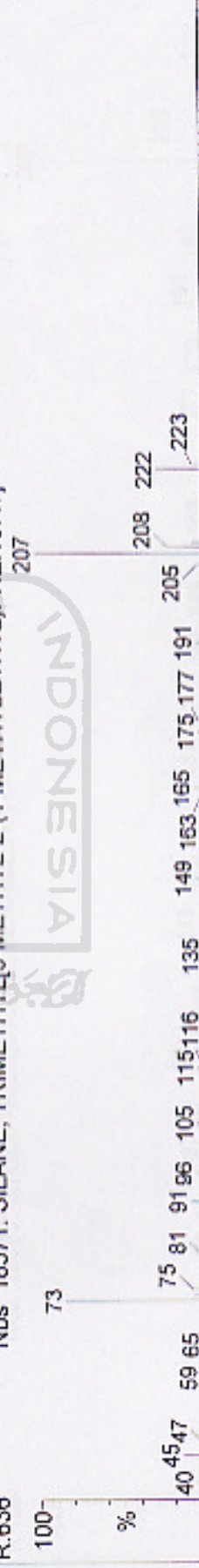
R:730 Nist 27371: TETRASILOXANE, DECAMETHYL-



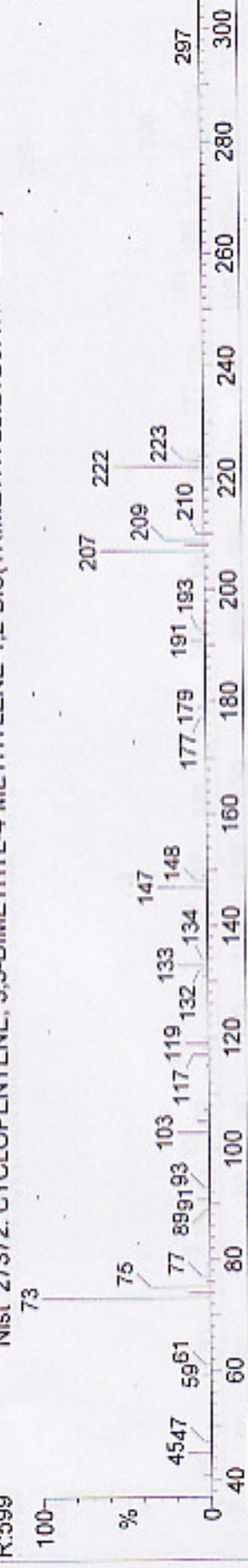
R:697 Nbs 7339: TETRASILOXANE, DECAMETHYL-



R:636 Nbs 18571: SILANE, TRIMETHYL[5-METHYL-2-(1-METHYLETHYL)PHENOXY]-

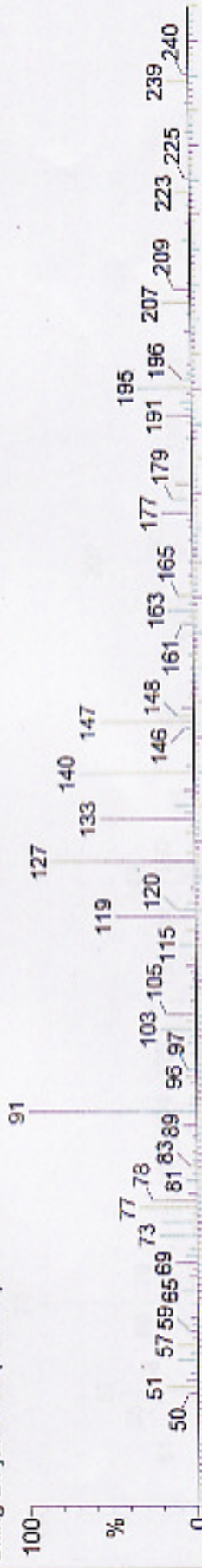


R:599 Nist 27372: CYCLOPENTENE, 3,3-DIMETHYL-4-METHYLENE-1,2-BIS(TRIMETHYLSILOXYMETHYL)-



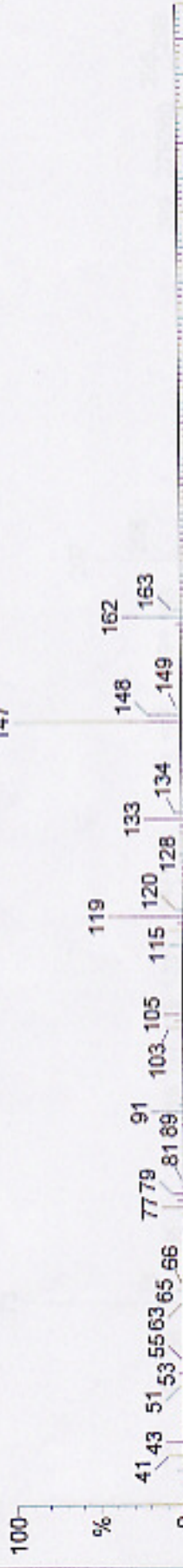
Giling 24 jam 720 (17.201)

768



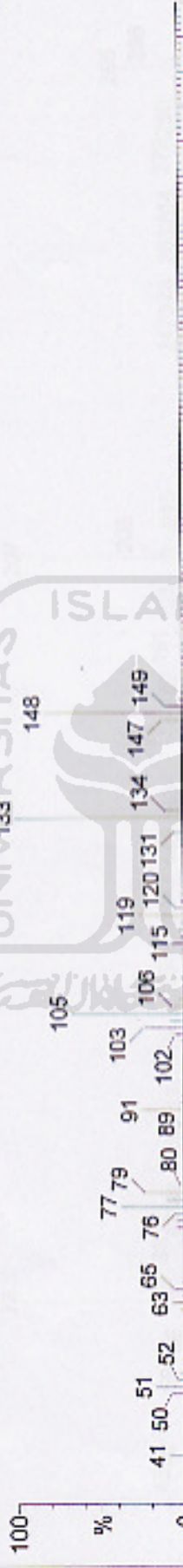
R:601 Nist 66070: 1-(3,4,5-TRIMETHYLPHENYL)ETHANONE

Hit 1



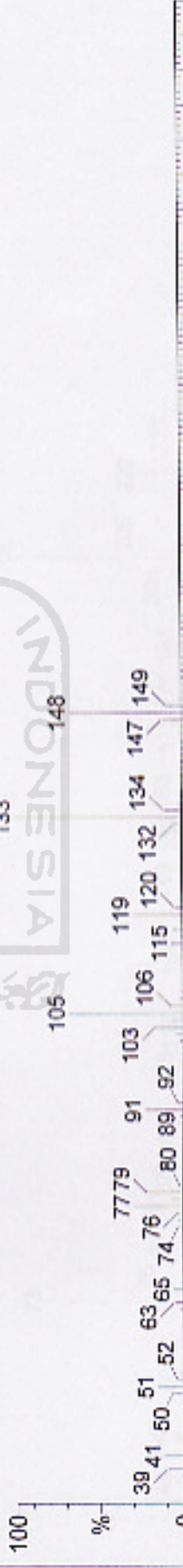
R:581 Nist 60199: PROPANAL, 2-METHYL-3-PHENYL-

Hit 2



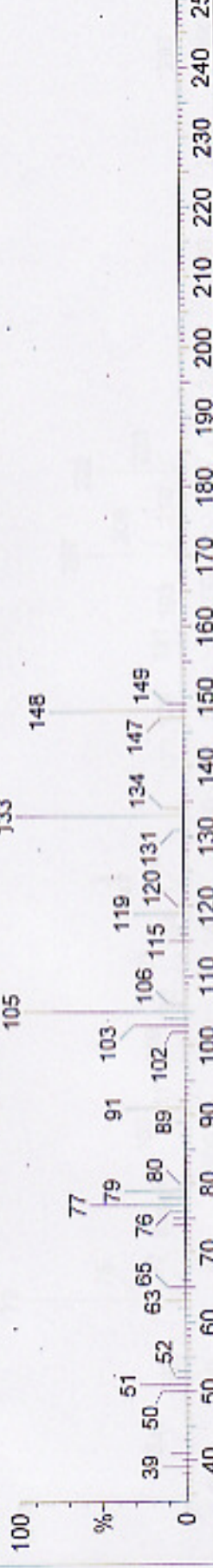
R:577 Nist 60064: BENZALDEHYDE, 4-(1-METHYLETHYL)-

Hit 3

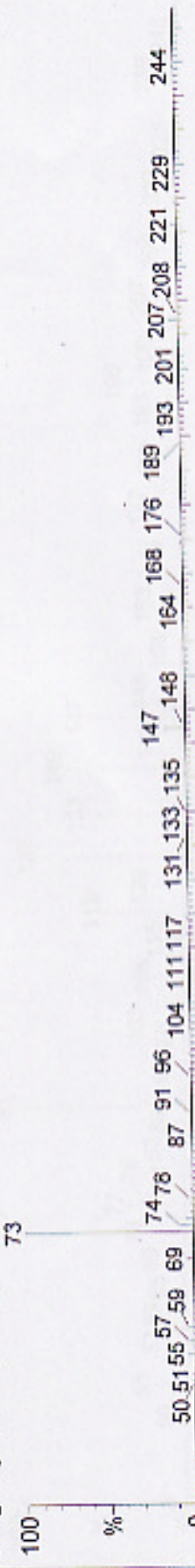


R:574 Nbs 14267: BENZALDEHYDE, 4-(1-METHYLETHYL)-

Hit 4

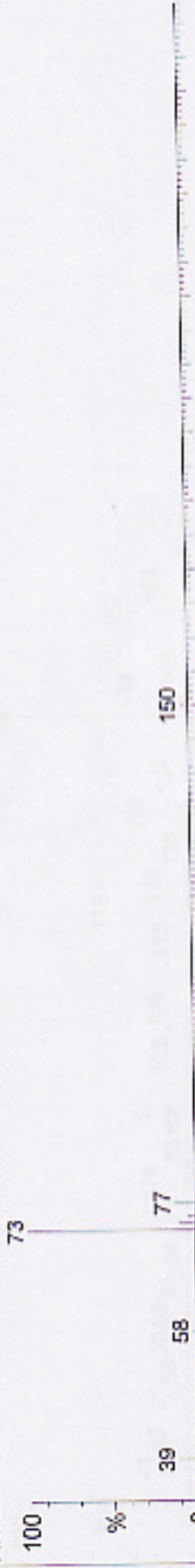


Giling 24 jam 675 (16.376)



R:840 Nist 26162: TRIMETHYL(3,3-DIFLUORO-2-PROPENYL)SILANE

Hit 1



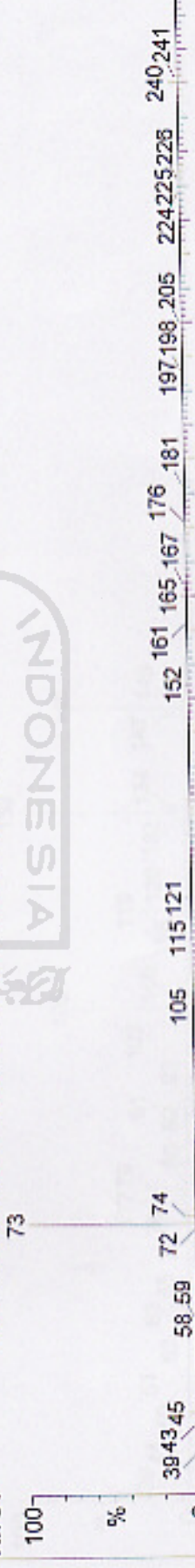
R:778 Nist 25346: 1,3-DIOXOLANE, 2-PENTADECYL

Hit 2



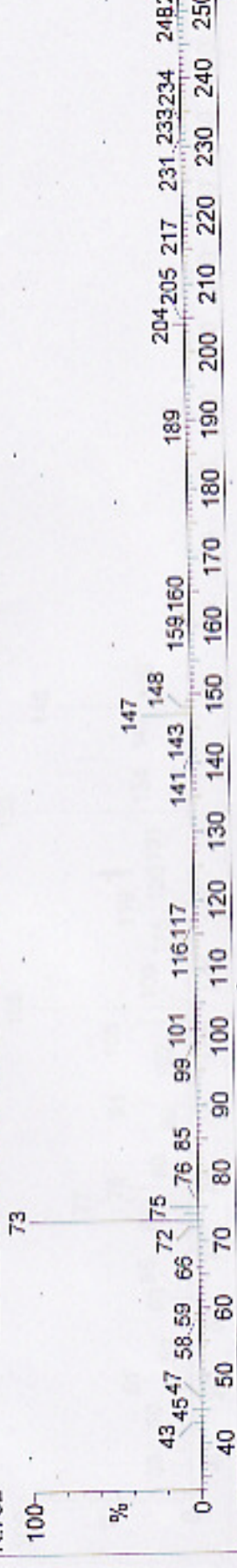
R:764 Nist 25598: SILANE, (DIPHENYLMETHYL)TRIMETHYL

Hit 3



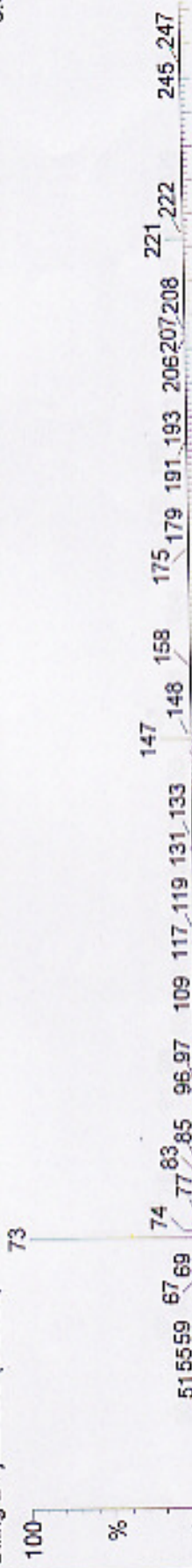
R:752 Nist 26843: MALONIC ACID, BIS(2-TRIMETHYLSILYLETHYL) ESTER

Hit 4

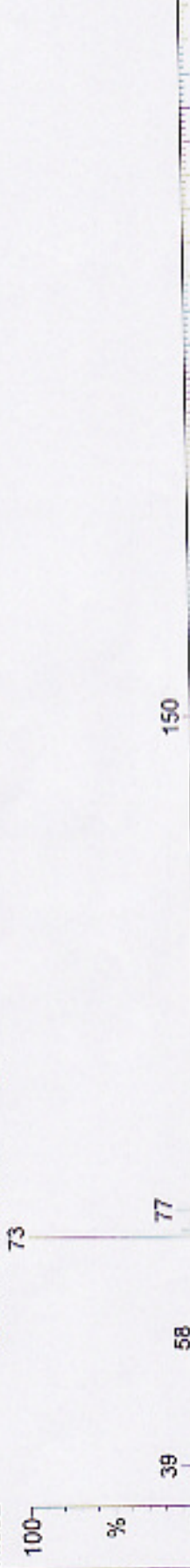


Giling 24 jam 570 (14.452)

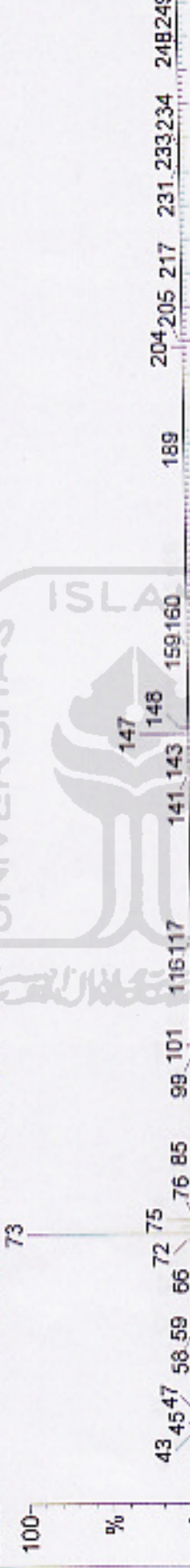
3.55e3



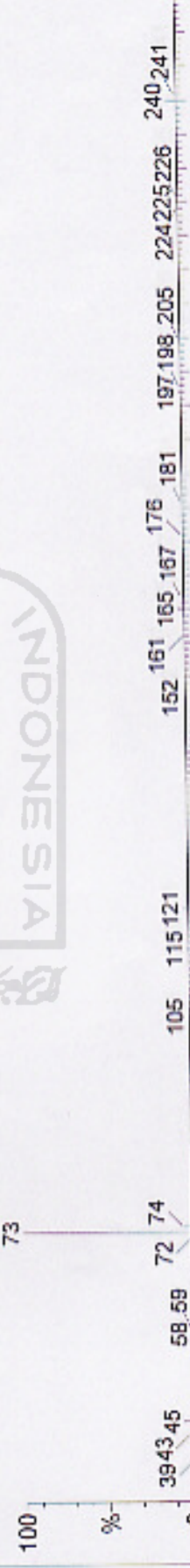
R:832 Nisi 26162: TRIMETHYL(3,3-DIFLUORO-2-PROPENYL)SILANE



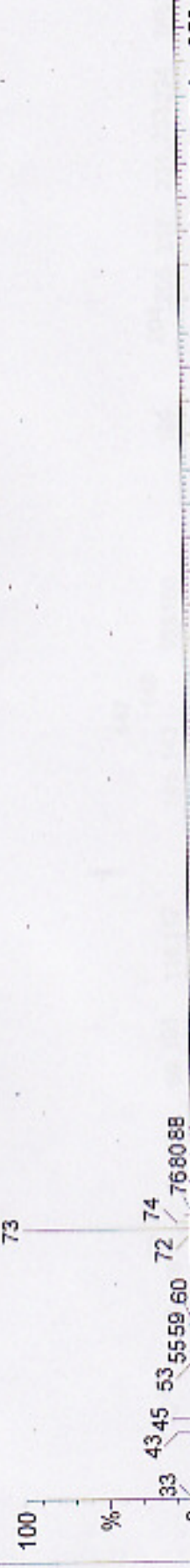
R:766 Nisi 26843: MALONIC ACID, BIS(2-TRIMETHYLSILYLETHYL)ESTER



R:758 Nisi 25598: SILANE, (DIPHENYLMETHYL)TRIMETHYL-

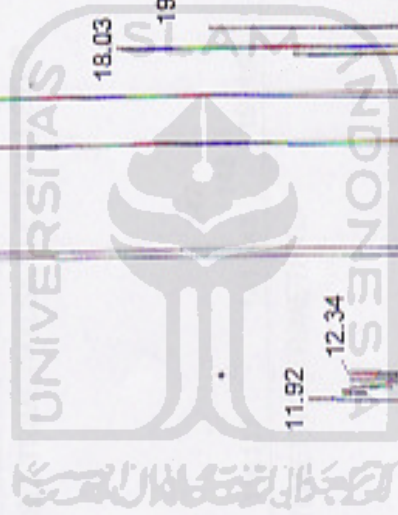
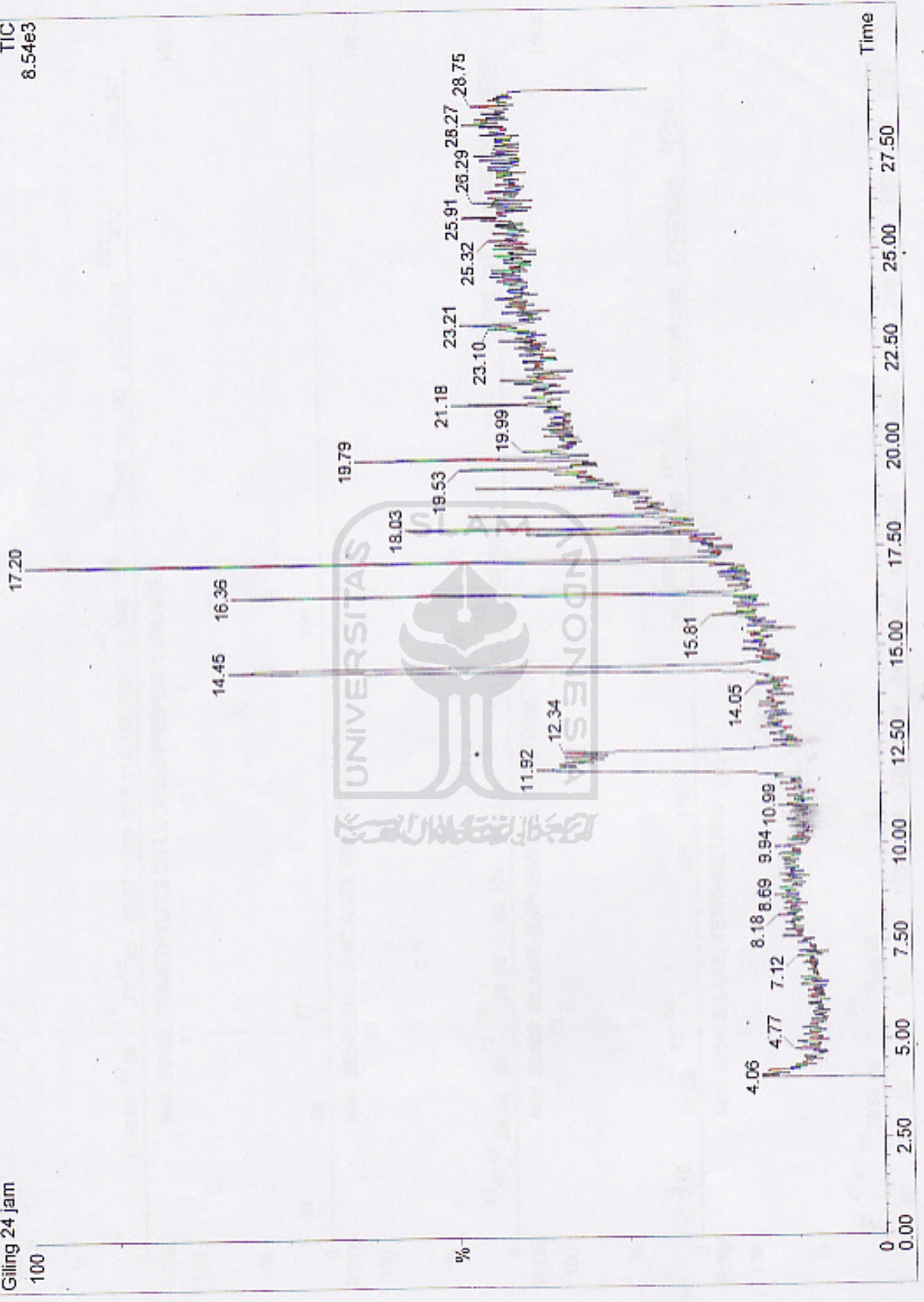


R:758 Nbs 6964: SILANE, TETRAMETHYL-



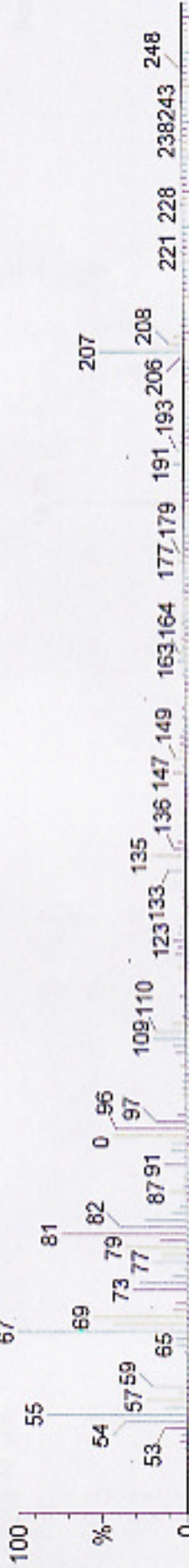
13:49:38
Giling 24 jam

Scan EI+
TIC
8.54e3



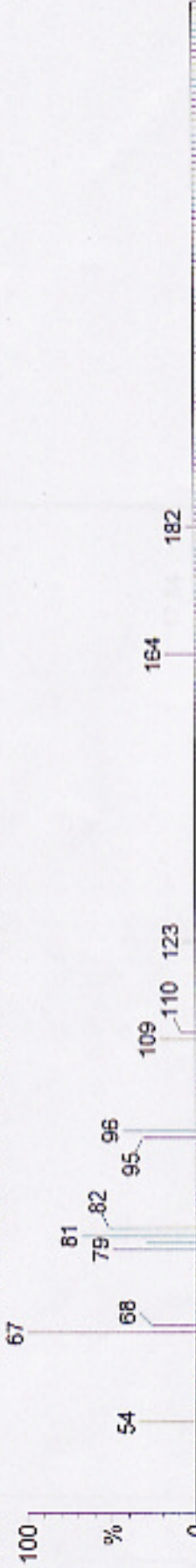
Gilling 48 jam 858 (19.731)

882



R:937 Nist 21432: 6,8-DODECADIEN-1-OL (6Z,8Z)

Hit 1



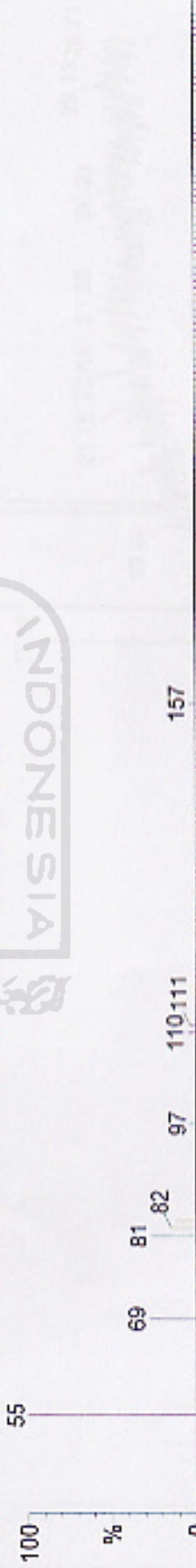
R:928 Nist 14107: 2-NITRO-2-METHYLCYCLOHEXANONE

Hit 2



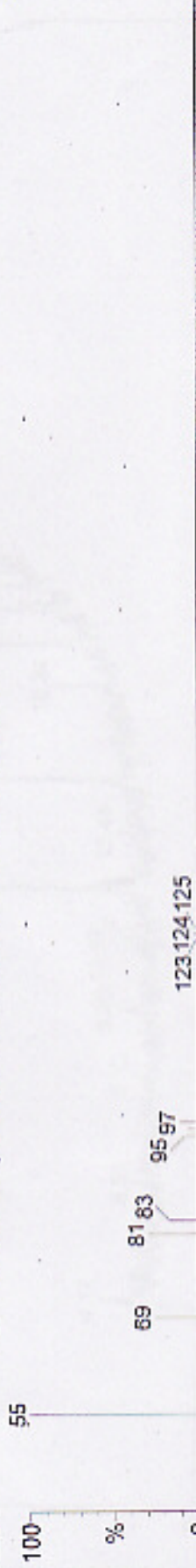
R:906 Nist 13914: CIS-2-NITRO-6-METHYLCYCLOHEXANONE

Hit 3

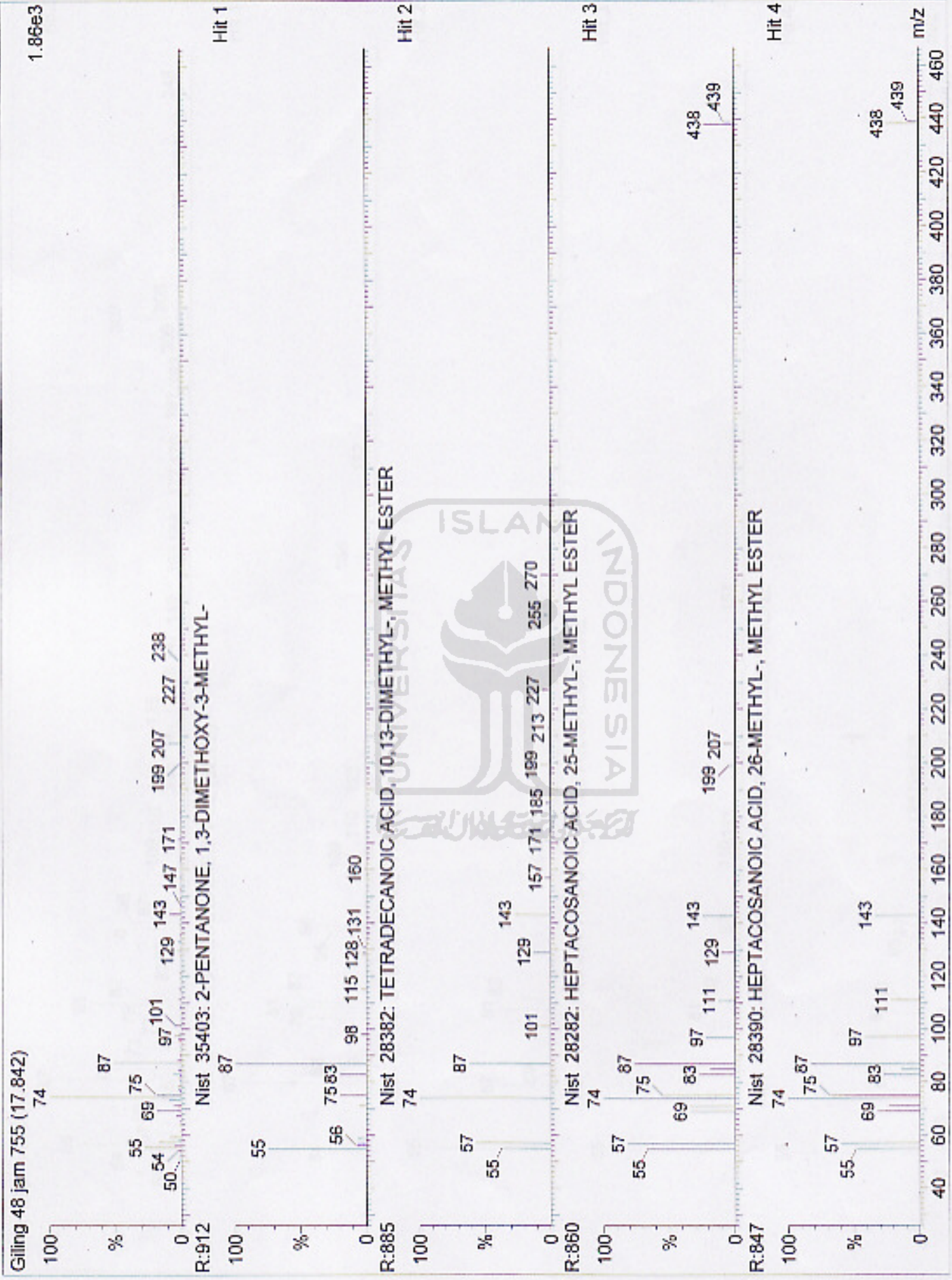


R:874 Nist 14115: CIS-2,6-DIMETHYL-2-NITROCYCLOHEXANONE

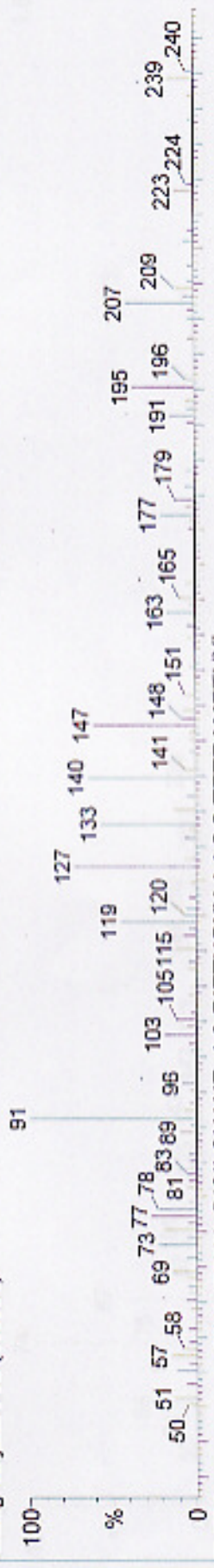
Hit 4



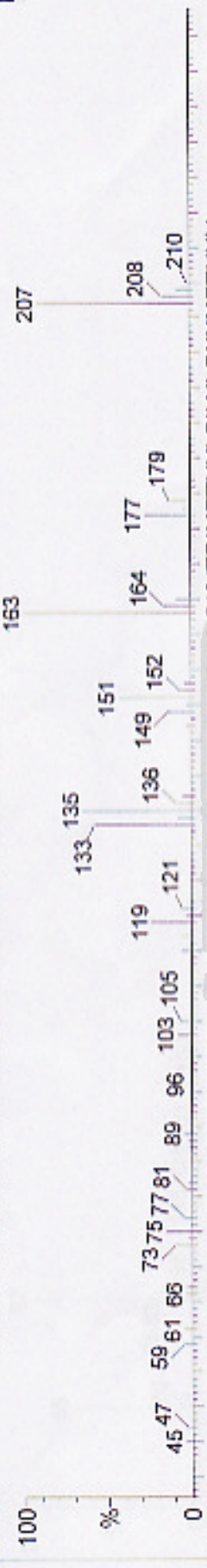
m/z



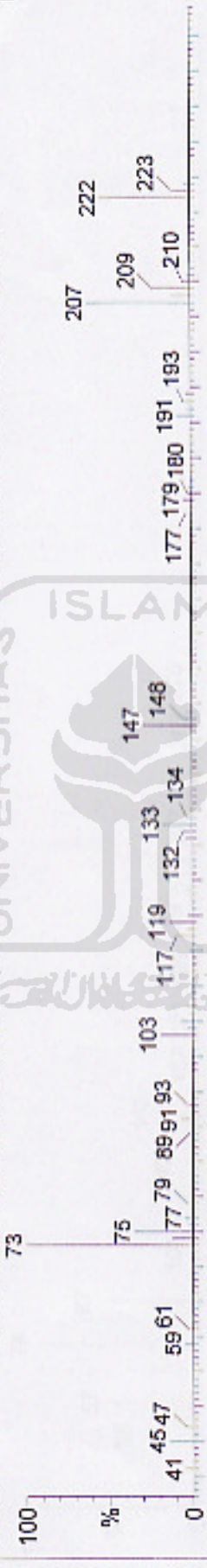
Giling 48 jam 718 (17.164)



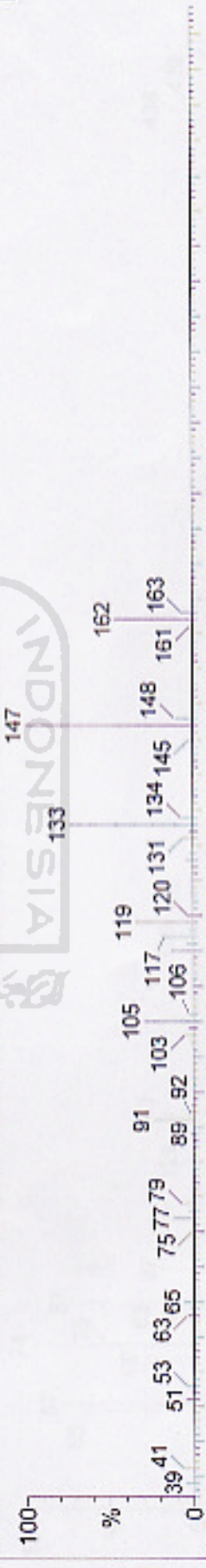
R:581 Nist 72008: DISILOXANE, 1,3-DIETHOXY-1,1,3,3-TETRAMETHYL-



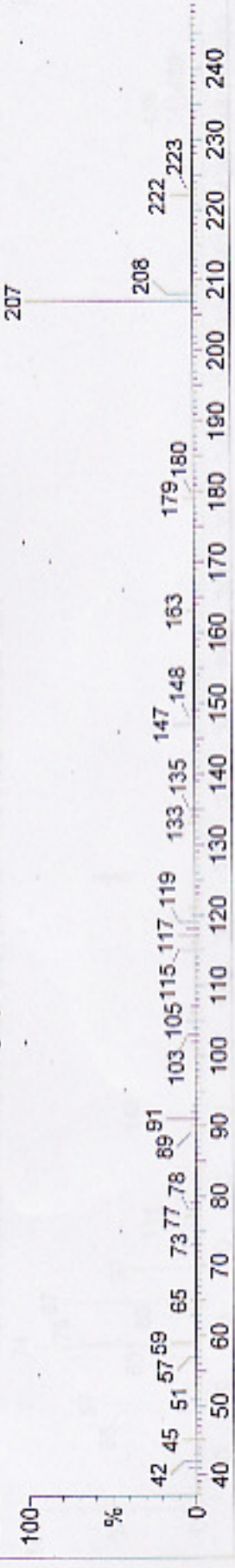
R:538 Nist 27372: CYCLOPENTENE, 3,3-DIMETHYL-4-METHYLENE-1,2-BIS(TRIMETHYLSILYLOXYMETHYL)-



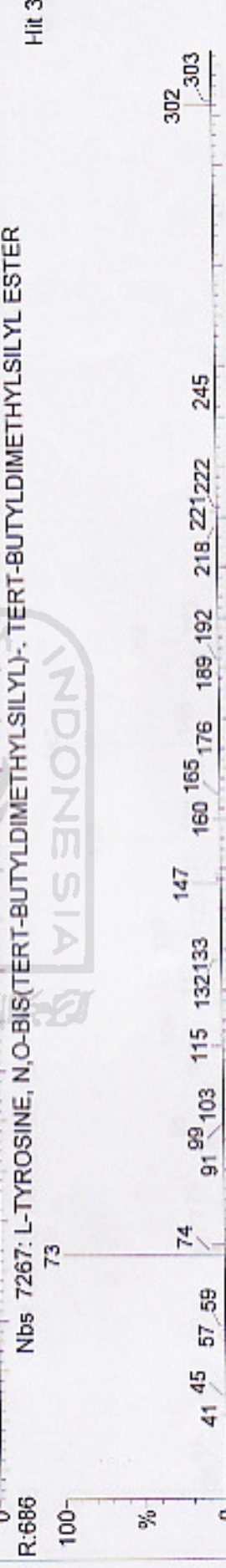
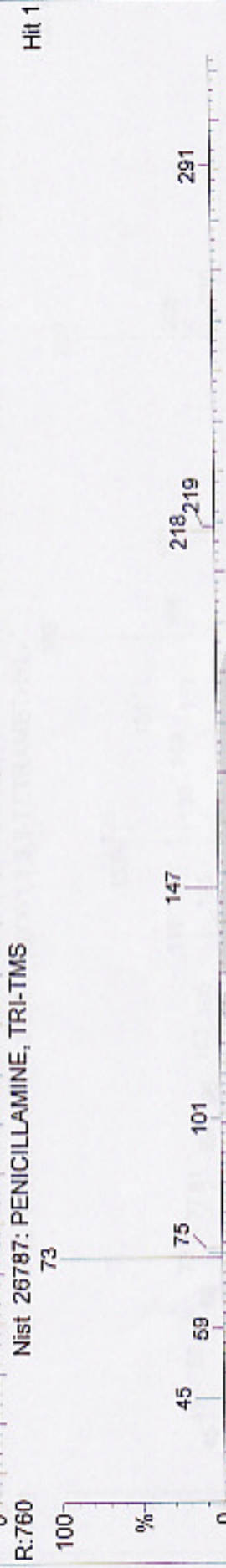
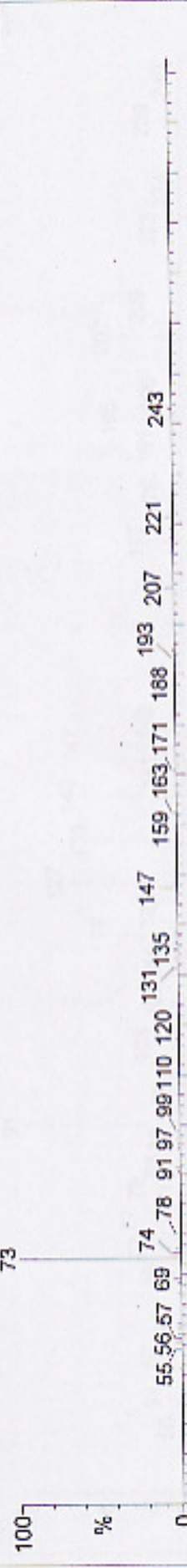
R:536 Nist 66115: BENZENE, 1,2,4-TRIETHYL-



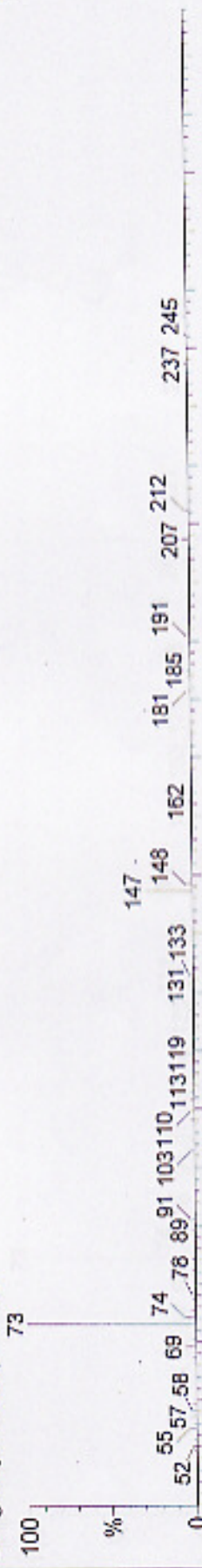
R:510 Nist 84742: ACETIC ACID, [4-(1,1-DIMETHYLETHYL)PHENOXY]-, METHYLESTER



Giling 48 jam 573 (14.505) 821

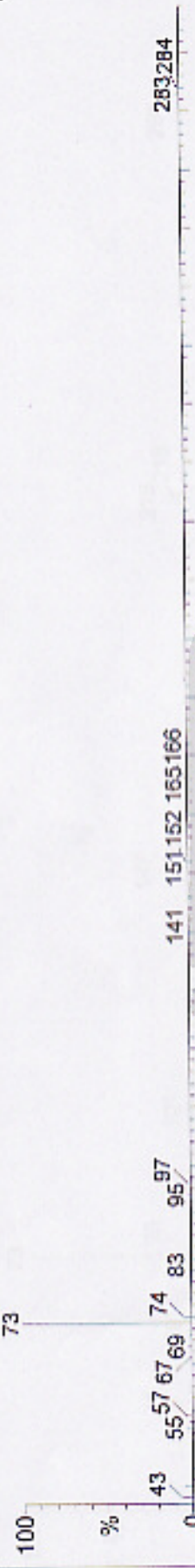


Giling 48 jam 454 (12.324)



Hit 1

Nist 25346: 1,3-DIOXOLANE, 2-PENTADECYL-



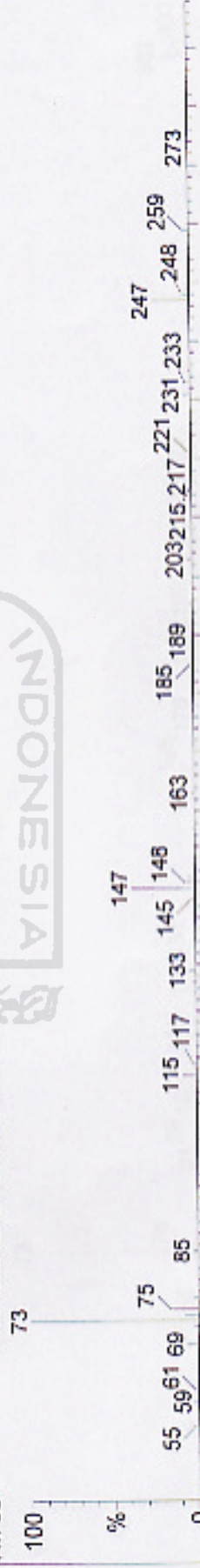
Hit 2

Nist 26843: MALONIC ACID, BIS(2-TRIMETHYLSILYLETHYL) ESTER



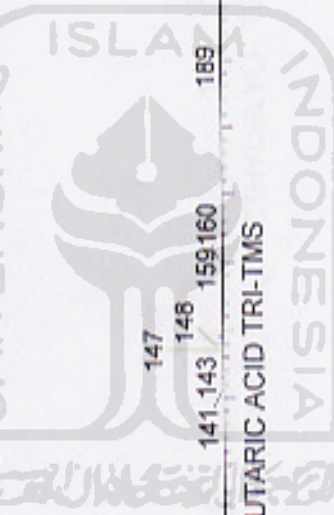
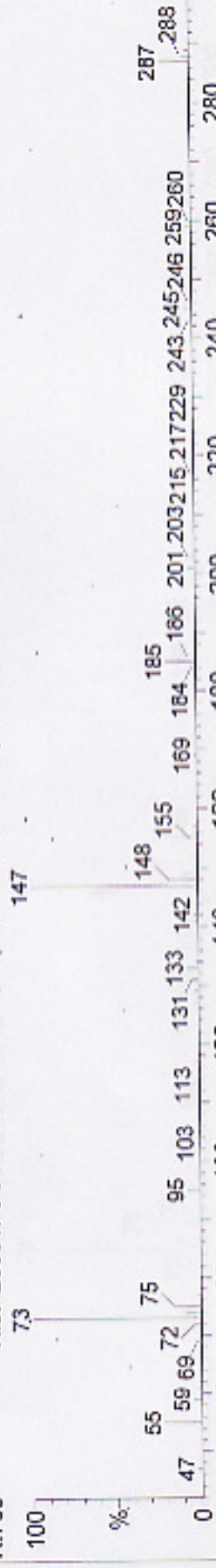
Hit 3

Nist 26942: 3-HYDROXY GLUTARIC ACID TRI-TMS



Hit 4

Nist 26801: OCT-2-ENOIC ACID, 2-(TRIMETHYLSILYLOXY)-, TRIMETHYLSILYL ESTER

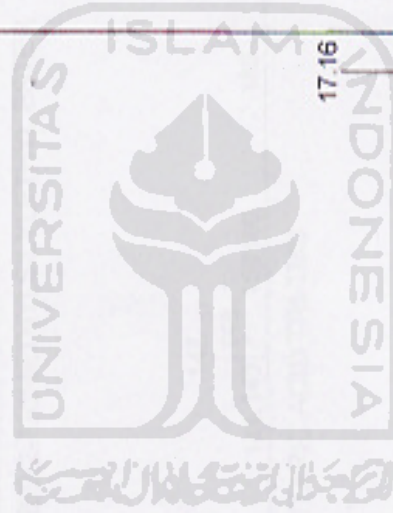
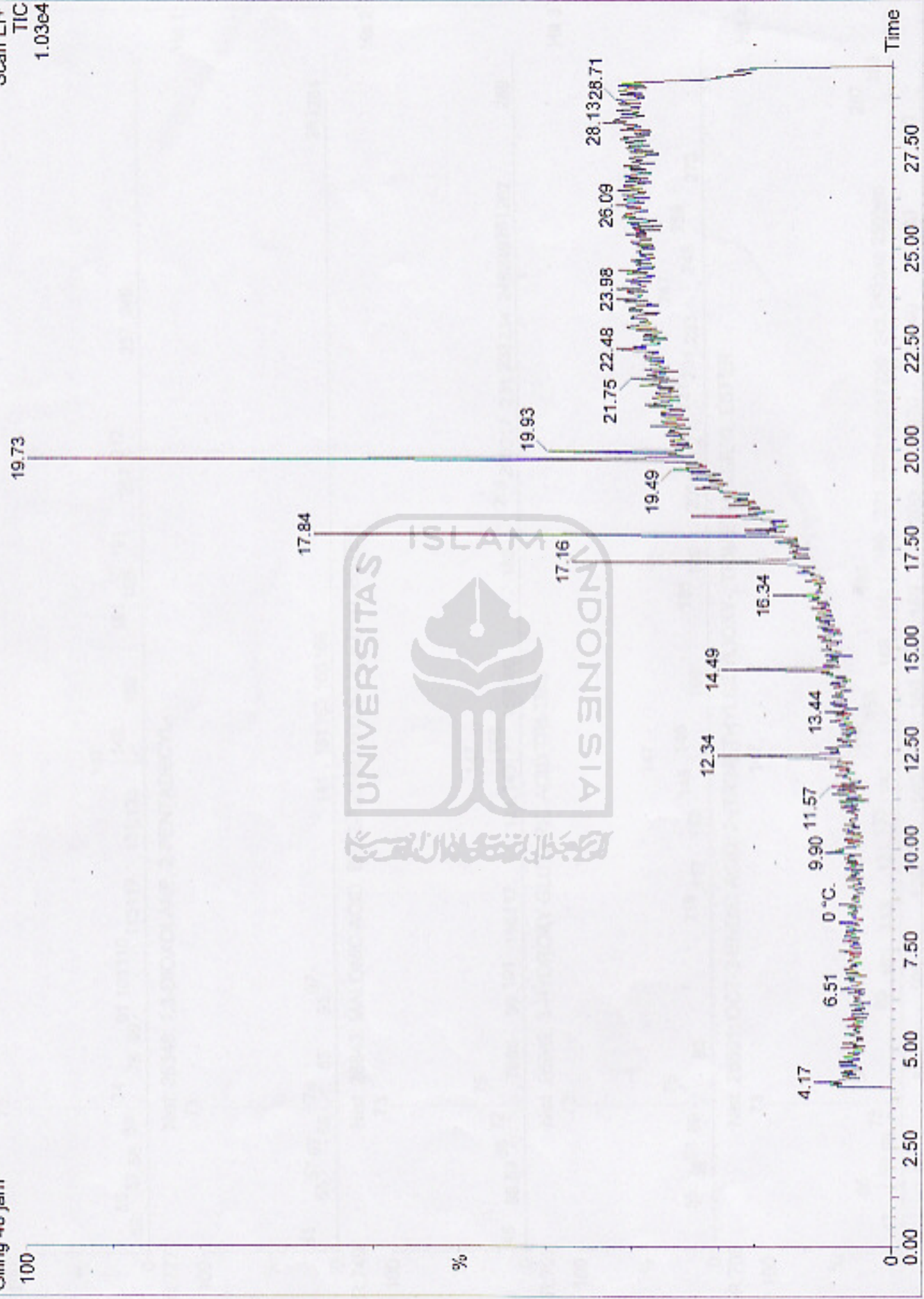


09:05:47

Giling 48 jam

100

Scan EI+
TIC
1.03e4



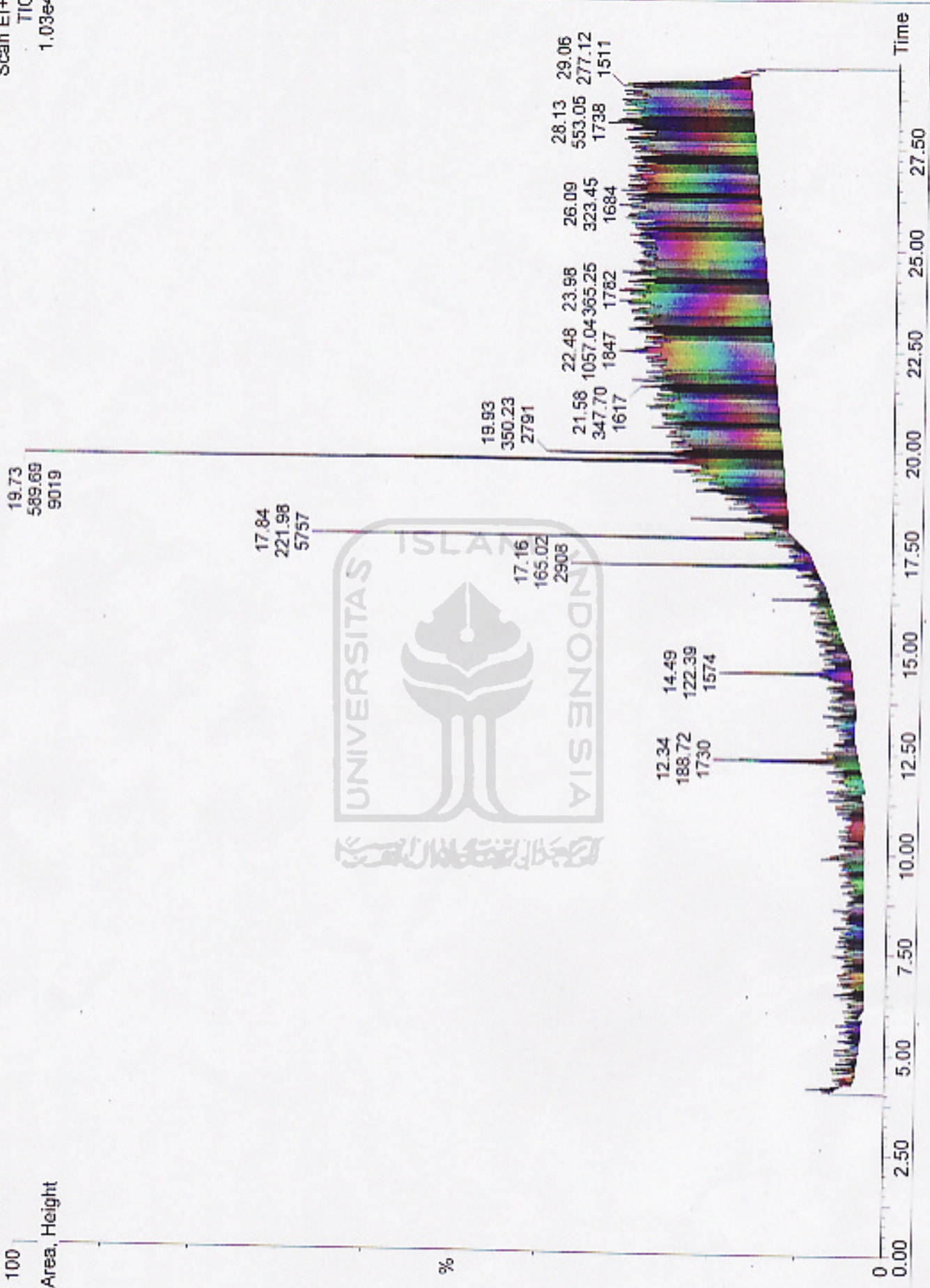
09:05:47

Giling 48 jam

100

Area, Height

Scan EI+
TIC
1.03e4



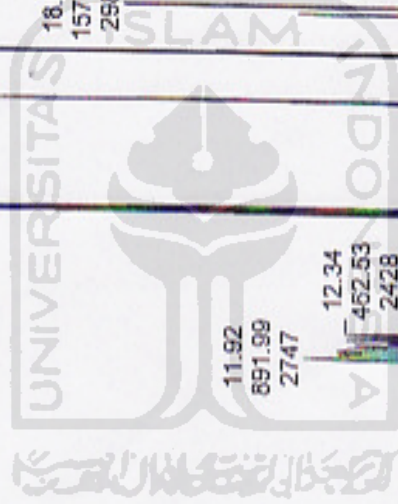
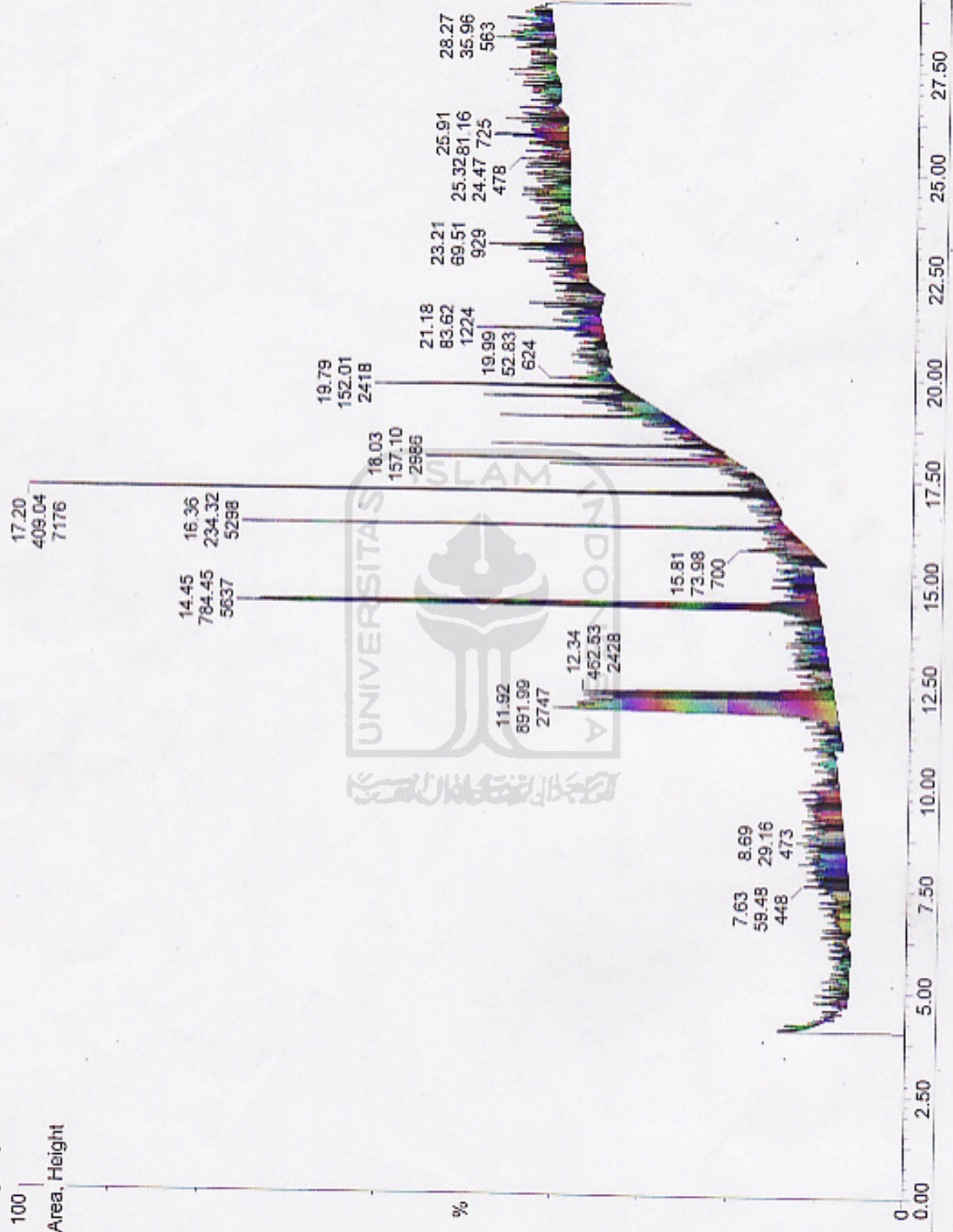
13:49:38

Giling 24 jam

100

Area, Height

Scan EI+
TIC
8.54e3



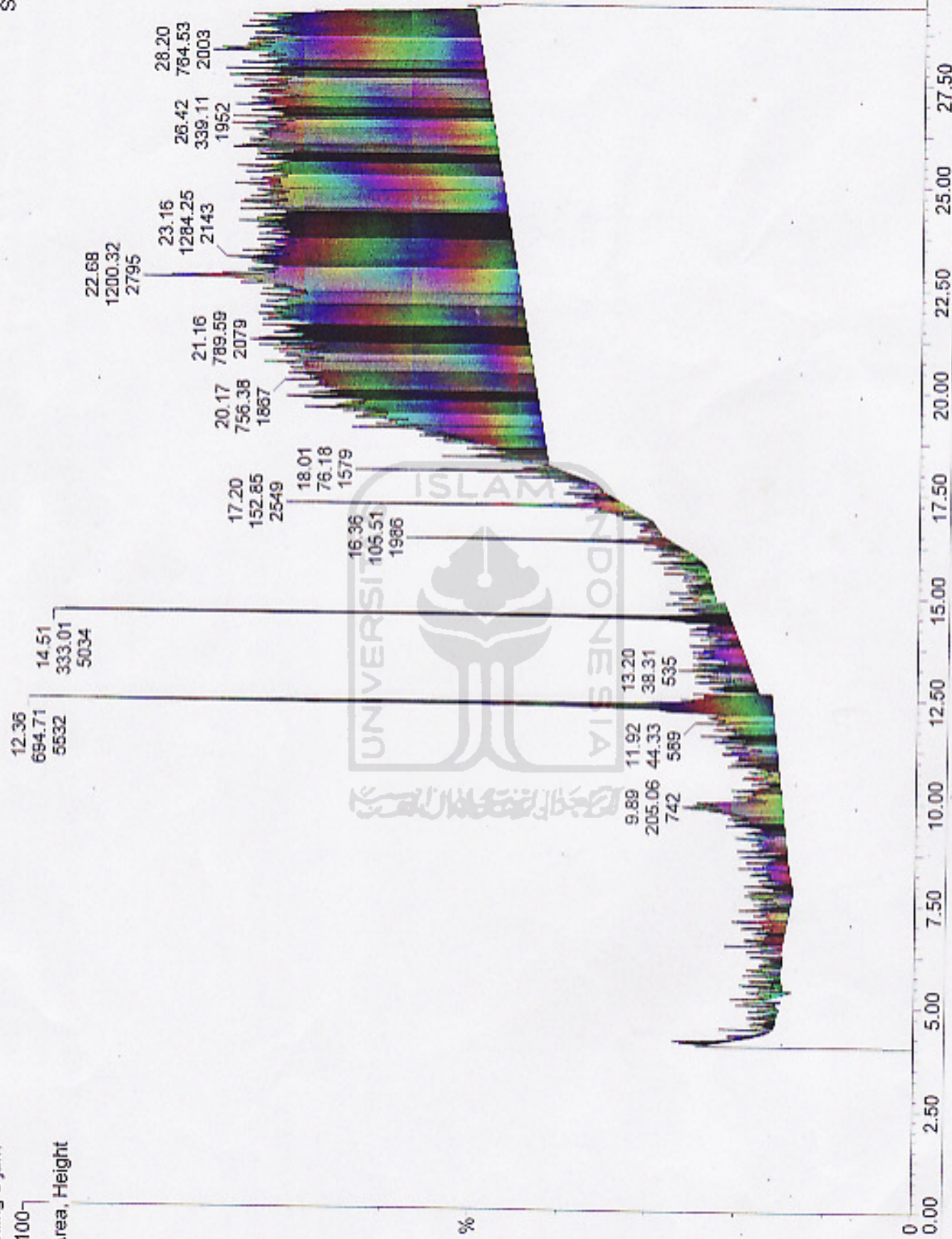
11:38:52

Giling 0 jam

100

Area, Height

Scan El+
TIC
6.60e3



08:24:02

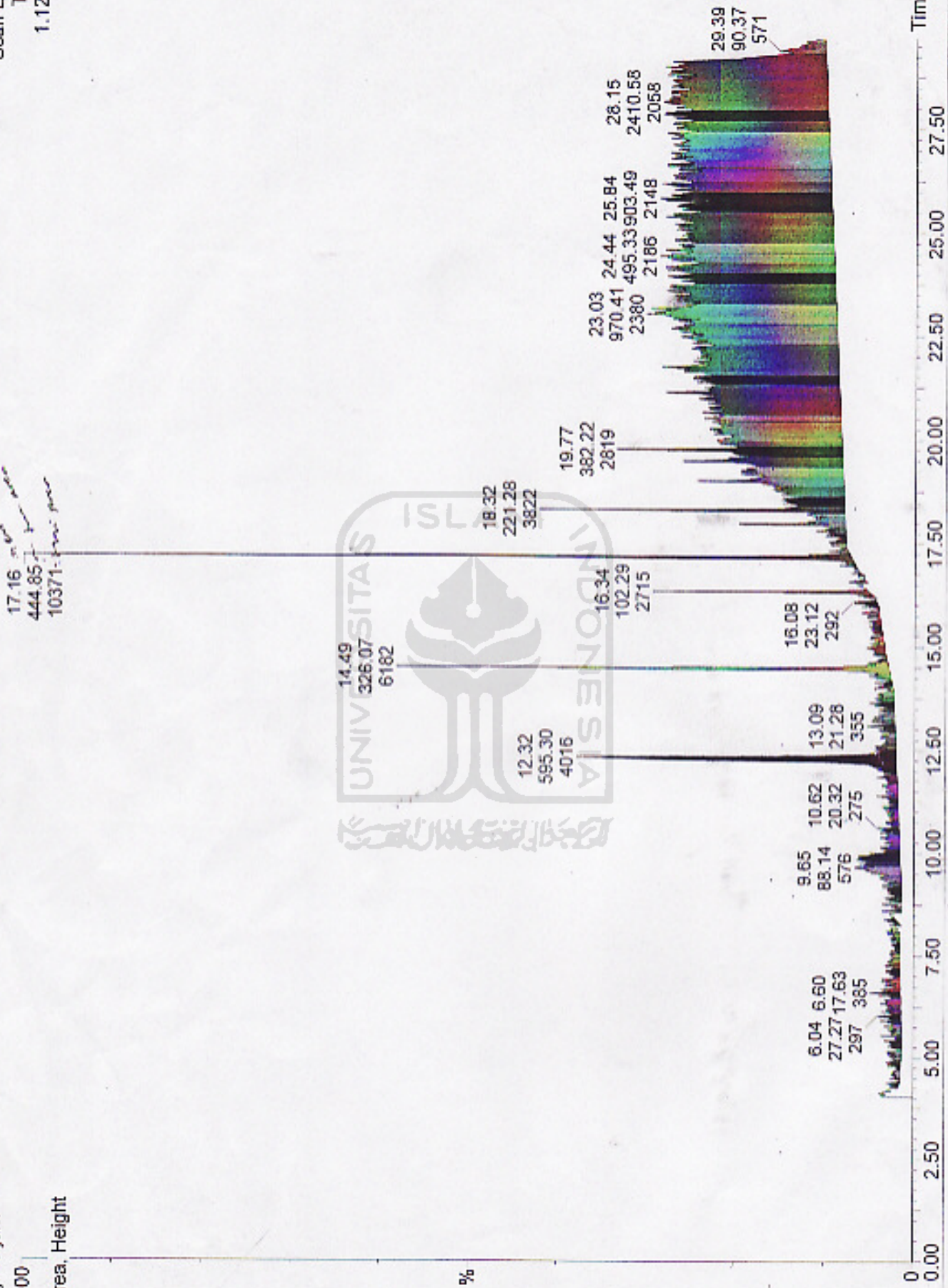
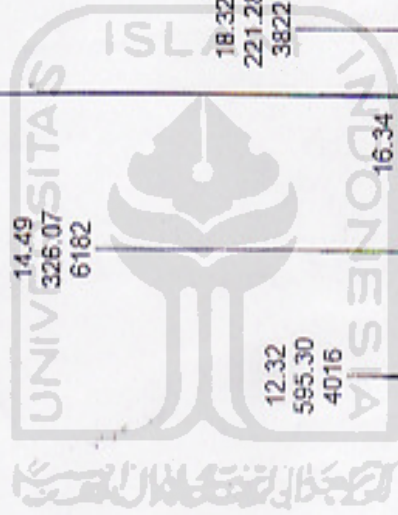
Biji 48 jam

100

Area, Height

Scan EI+
TIC
1.12e4

17.16
444.85
10371



10:52:15

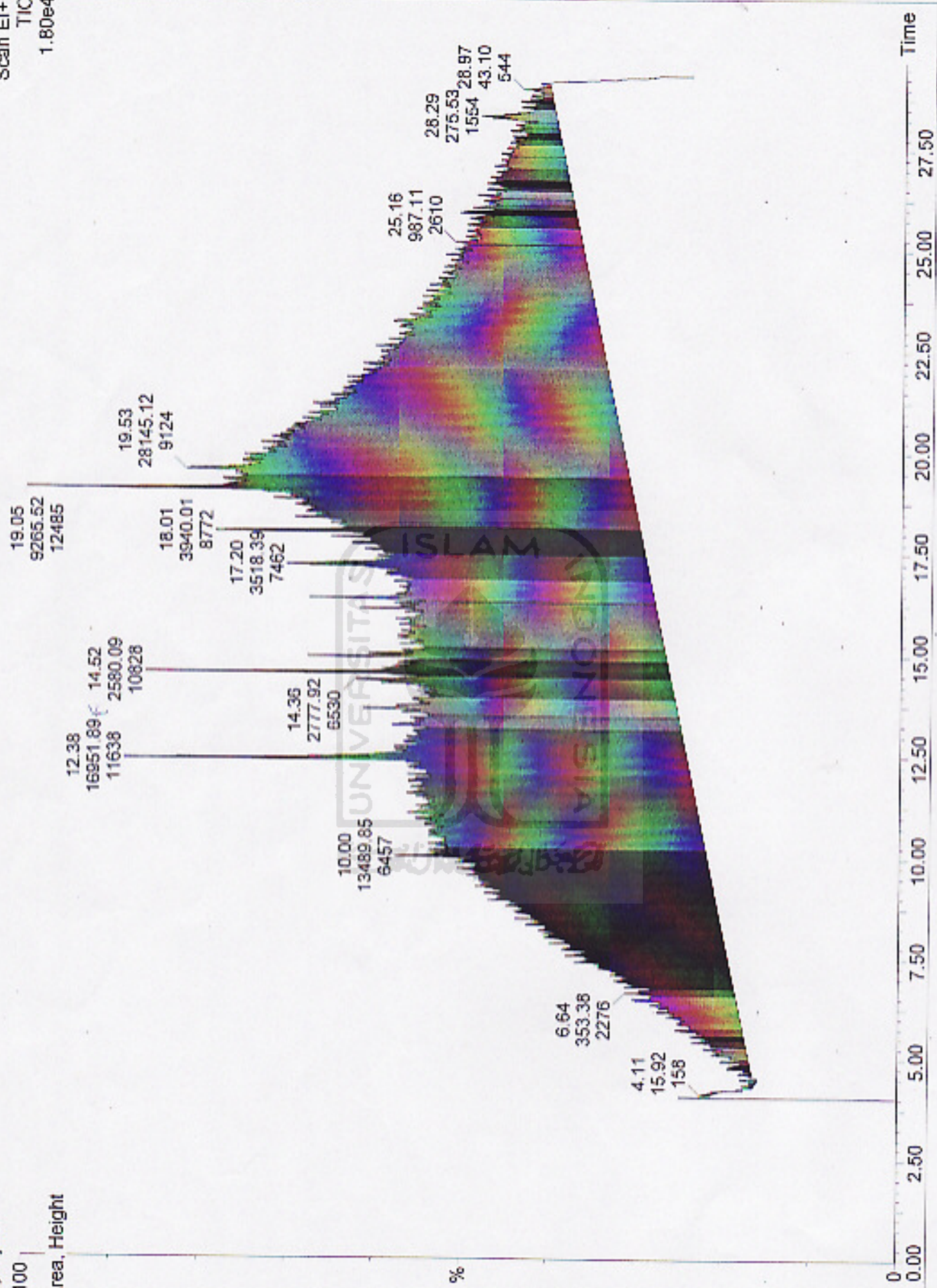
Biji 0 jam

100

Area, Height

%

Scan El+
TIC
1.80e4



Time
0.00 2.50 5.00 7.50 10.00 12.50 15.00 17.50 20.00 22.50 25.00 27.50

07:28:03

Biji 24 jam

100

Area, Height

Scan El+
TIC
2.46e4

19.03
1903.49
22707



12.36
3374.81
6847

17.18
576.55
6850

18.34
509.14
4332

21.16
740.87
3295

23.07
1592.26
3816

26.50
302.43
3086

28.24
718.63
2885

28.93
849.99
2717

10.01
757.10
1976

11.15
2141.34
3912

15.57
441.46
3899

16.36
272.12
2028

19.49
1202.34
5518

19.03
1903.49
22707

%

0 2.50 5.00 7.50 10.00 12.50 15.00 17.50 20.00 22.50 25.00 27.50 Time