

SINTESIS DODEKIL KLORIDA DARI REAKSI KLORINASI DODEKANOL DENGAN POSFOR TRIKLORIDA

Henry F. Aritonang¹ dan Diah R. Gusti¹

¹Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Sam Ratulangi, Manado

Diterima 13-09-2009; Diterima setelah direvisi 25-09-2009; Disetujui 01-10-2009

ABSTRACT

Aritonang, H. F. and D. R. Gusti, 2009. Syntheses of Dodecyl Chloride from Chlorinate Dodecanol Reaction with Phospor Trichloride.

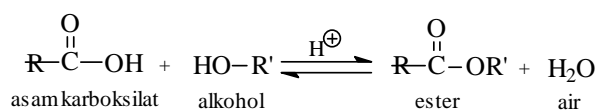
Synthesis of dodecyl chloride produced by chlorination reaction of dodecanol with phosphor trichloride was 14,48 grams (70,81%). Product of dodecyl chloride was identified by IR spectrometry which shows strong absorption at 1425-1415 cm^{-1} indicating vibration of group C-Cl and this vibration was supported at 850-600 cm^{-1} .

Keywords : dodecyl chloride, chlorination, dodecanol, phosphor trichloride

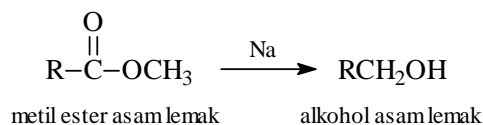
PENDAHULUAN

Minyak kelapa banyak mengandung asam lemak laurat, karena itu disebut juga dengan minyak laurat. Komposisi asam lemak minyak kelapa mirip dengan minyak inti sawit, dimana kedua jenis minyak ini disamping mengandung laurat ($\text{C}_{12:0}$) juga mengandung kaprilat ($\text{C}_{8:0}$), kaprat ($\text{C}_{10:0}$), miristat ($\text{C}_{14:0}$), palmitat ($\text{C}_{16:0}$), dan oleat ($\text{C}_{18:1}$) (Brahmana *et al.*, 1998; Ketaren, 1989). Untuk mendapatkan asam laurat ini, maka perlu dilakukan pemisahan berdasarkan ketidakjenuhan asam lemak, yaitu asam lemak jenuh dan tidak jenuh dengan menggunakan pelarut aseton, seperti pada campuran asam lemak pada minyak kelapa sawit (Aritonang, 1996; Aritonang dan Surbakti, 2004). Selain itu, asam laurat dapat diperoleh dari minyak kelapa setelah diubah kedalam bentuk metil ester asam lemaknya dengan cara intereseterifikasi dan dapat dipisahkan secara destilasi fraksinasi (Ikan, 1991; Meffert, 1984).

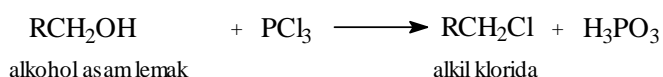
Ester dapat disintesis dengan mereaksikan asam karboksilat dan alkohol menggunakan katalis asam yang disertai pemanasan. Pembuatan ester dengan cara demikian disebut esterifikasi Fischer, dimana secara umum reaksinya dapat ditulis sebagai berikut :



Metil ester asam lemak seperti metil ester laurat dapat direduksi menjadi alkohol asam lemak (dodekanol) (Smith, 1994).



Alkohol asam lemak ini selanjutnya diklorinasi menjadi alkil klorida asam lemak:



BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan kimia yang digunakan adalah asam laurat, metanol, asam sulfat, heksana, natrium sulfat anhidrus, logam natrium, toluena, petroleum eter, larutan natrium karbonat, posfor triklorida, dan kloroform diperoleh dari MERCK (Darmstadt, Germany). Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah satu set alat refluks, alat-alat gelas, evaporator Buchii, spektrofotometer FT-IR (Shimadzu FTIR 8210 PC).

Sintesis Metil Laurat

Sebanyak 0,2 mol asam laurat dimasukkan ke dalam labu leher tiga volume 500 mL kemudian ditambahkan 80 mL metanol. Labu

dihubungkan dengan pengaduk magnet, penangas air yang diberi air es, kondensor yang dialiri air dan ujungnya dihubungkan dengan tabung yang berisi CaCl_2 anhidrat dan kapas. Melalui corong penetes sambil diaduk ditambahkan secara perlahan 4 mL asam sulfat pekat. Campuran direfluks selama 3 jam. Hasil reaksi yang diperoleh diuapkan melalui rotarievaporator untuk menghilangkan metanol. Residu yang tertinggal dalam labu dilarutkan dalam 150 mL heksana kemudian dicuci berturut-turut sebanyak dua kali dengan 25 mL akuades. Hasil cucian dikeringkan dengan Na_2SO_4 anhidrat kemudian disaring, selanjutnya metil laurat yang diperoleh dihitung rendemennya dan diidentifikasi melalui pemeriksaan spektroskopi infra merah.

Sintesis Dodekanol

Sebanyak 1,2 mol natrium dan 68 mL toluena kering ditempatkan dalam labu alas leher tiga, kemudian labu dihubungkan dengan pengaduk magnet, penangas minyak dan kondensor yang dialiri air. Selanjutnya dilakukan pemanasan hingga natrium melebur lalu diaduk dan penangas minyak diganti dengan penangas air yang diberi air es. Melalui corong penetes, ditambahkan 0,2 mol larutan metil laurat dalam 50 ml metanol absolut. Setelah penambahan ester selesai dilakukan, pemanasan mulai dilakukan hingga semua natrium bereaksi. Campuran reaksi kemudian didestilasi untuk menghilangkan toluena dan metanol. Kemudian residunya dalam keadaan masih panas dipindahkan ke corong pisah dan dicuci tiga kali dengan 70 mL air panas untuk menghilangkan natrium laurat. Dodekanol selanjutnya diekstraksi dengan dietil eter, kemudian ekstrak dicuci dengan larutan natrium karbonat dan akuades. Lapisan eter diberi Na_2SO_4 anhidrat kemudian eter dipisahkan dengan cara didestilasi. Dodekanol yang diperoleh dihitung rendemennya dan diidentifikasi melalui pemeriksaan spektroskopi infra merah.

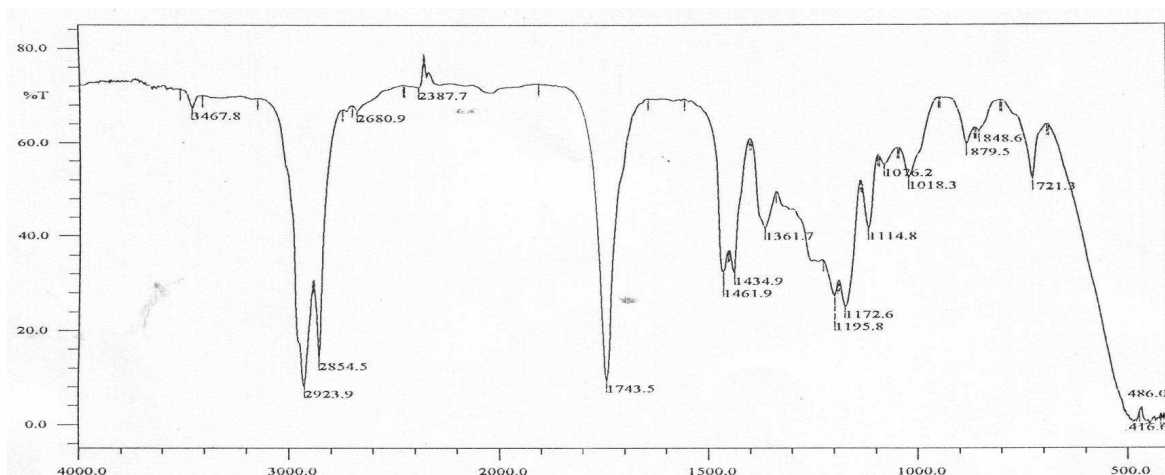
Sintesis Dodekil Klorida

Sebanyak 5 mL (0,05 mol) PCl_3 ditempatkan dalam labu alas leher tiga kemudian labu dihubungkan dengan pengaduk magnet, penangas air yang diberi es dan kondensor yang dialiri air dan corong penetes. Melalui corong penetes sambil diaduk secara perlahan dalam keadaan dingin diteteskan sebanyak 0,1 mol dodekanol yang sebelumnya dilarutkan dalam 20 mL kloroform. Setelah penambahan dodekanol selesai, campuran reaksi direfluks selama 6 jam. Kelebihan PCl_3 yang tidak ikut bereaksi diuapkan. Kemudian hasil reaksi disaring serta dibilas dengan 50 mL kloroform. Filtrat hasil saringan diuapkan melalui rotarievaporator kemudian residu yang tertinggal adalah dodekil klorida. Selanjutnya hasil reaksi ini dihitung rendemennya dan diidentifikasi dengan spektrofotometer FT-IR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Metil Laurat

Pada pembuatan metil ester laurat dari sebanyak 0,2 mol asam laurat yang direaksikan dengan metanol dengan katalis asam sulfat diperoleh metil laurat sebanyak 35,52 g (83%). Selanjutnya hasil pemeriksaan analisa spektroskopi inframerah untuk metal ester laurat memberikan puncak-puncak frekuensi vibrasi pada daerah bilangan gelombang 2921,9-2854,5 cm^{-1} , 1743,5 cm^{-1} , 1461,9 cm^{-1} , 1361,7 cm^{-1} , dan 11,95,8 cm^{-1} (Gambar 1). Frekuensi vibrasi 2921,9-2854,5 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur C-H sp^3 pada CH_3 maupun CH_2 dan ini diperkuat pada frekuensi 1461,9 cm^{-1} dan pada 11,95,8 cm^{-1} . Munculnya serapan pada frekuensi 1361,7 cm^{-1} menunjukkan vibrasi C-O-C dan ini membuktikan bahwa gugus OH dari asam lemak diganti oleh gugus O- CH_3 . Serapan pada frekuensi 1743,5 cm^{-1} menunjukkan serapan khas dari gugus C=O.

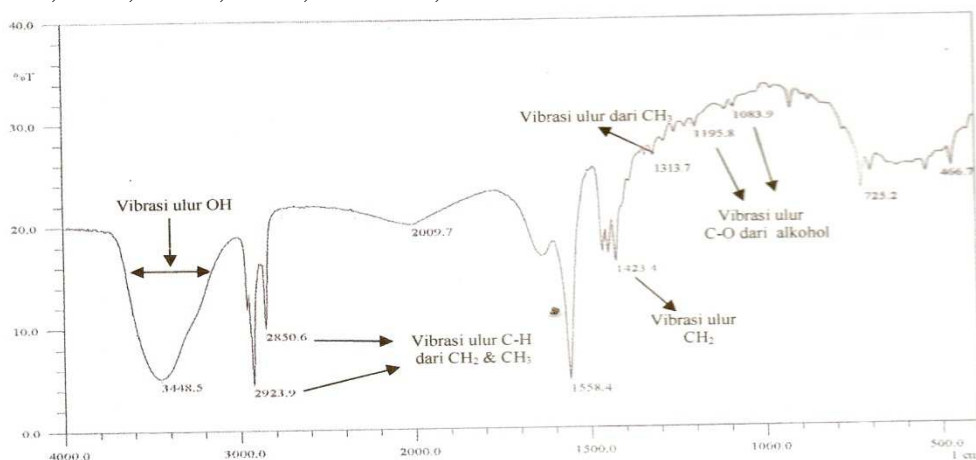


Gambar 1. Spektrum IR senyawa metil ester laurat

Sintesis Dodekanol

Pada pembuatan alkohol asam lemak (dodekanol), dari sebanyak 0,2 mol metil ester laurat yang digunakan menghasilkan dodekanol sebanyak 22,32 g (60%). Selanjutnya hasil pemeriksaan analisa spektroskopi inframerah untuk dodekanol memberikan puncak-puncak frekuensi vibrasi pada daerah bilangan gelombang $3500-3100\text{ cm}^{-1}$, $3000-2852\text{ cm}^{-1}$, $1750-1700\text{ cm}^{-1}$, $1440-1400\text{ cm}^{-1}$, $1377,1-1353,9\text{ cm}^{-1}$, dan $1056,9\text{ cm}^{-1}$.

cm^{-1} . Frekuensi vibrasi pada daerah $1750-1700\text{ cm}^{-1}$ dan munculnya frekuensi pada daerah $3500-3100\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi ulur OH dan serapan lainnya muncul pada frekuensi $3000-2800\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi C-H sp^3 dari CH_2 maupun CH_3 dan ini diperkuat pada frekuensi $1440-1400\text{ cm}^{-1}$. Frekuensi pada daerah $1377,1-1353,9\text{ cm}^{-1}$ untuk CH_3 . Serapan pada frekuensi $1056,9\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi dari C-O-H.

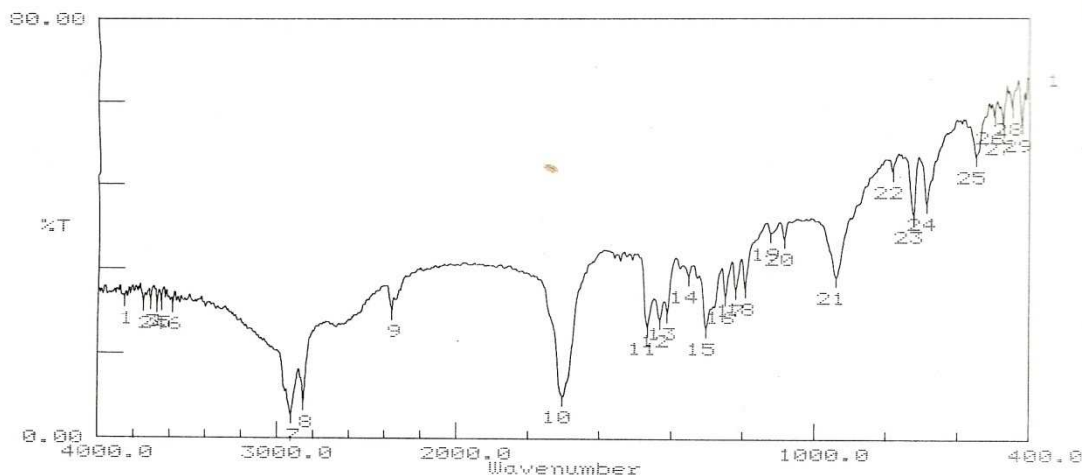


Gambar 2. Spektrum IR senyawa dodekanol

Sintesis Dodekil Klorida

Reaksi klorinasi ini berjalan seperti reaksi SN_2 dimana terjadi pembentukan alkil klorida dan H_3PO_3 yang berwarna kuning yang selanjutnya mengalami oksidasi menjadi H_3PO_4 yang berwarna putih. Dodekil klorida yang terbentuk sebanyak 14,48 g (dari tiga kali ulangan) atau

rendemen 70,81%. Terbentuknya alkil klorida dibuktikan dengan hilangnya frekuensi vibrasi pada daerah $3500-3100\text{ cm}^{-1}$ dan munculnya frekuensi pada daerah $1425-1415\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi C-Cl dan ini diperkuat pada frekuensi $850-600\text{ cm}^{-1}$.



Gambar 3. Spektrum IR senyawa dodekil klorida.

KESIMPULAN

Reaksi klorinasi dapat berjalan melalui reaksi antara dodekanol dengan posfor triklorida membentuk dodekil klorida, dimana posfor triklorida yang digunakan harus berlebih dan dilarutkan dalam pelarut kloroform. Dodekil klorida yang terbentuk rata-rata sebanyak 14,48 gram (dari tiga kali ulangan) atau rendemen 70,81%.

DAFTAR PUSTAKA

Aritonang, H.F. 1996. Pemisahan Asam Lemak Jenuh dan Asam Lemak Tidak Jenuh dari Campuran Asam Lemak Bebas Minyak Kelapa Sawit

dengan Metode Kristalisasi Menggunakan Beberapa Jenis Pelarut. [Skripsi]. Medan.

Aritonang, H.F. dan M. Surbakti. 2004. Pemisahan Asam Laurat dari Minyak Kelapa (*Coconut Oil*) Dengan Metode Kristalisasi Menggunakan Pelarut Aseton. *Jurnal Eugenia*. Vol 10 No. 2. Manado.

Brahmana, H.R, R. Dalimunthe dan M. Ginting. 1998. Pemanfaatan Asam Lemak Bebas (ALB) Kelapa Sawit dan Inti Sawit Dalam Pembuatan Nilon 99 dan Ester Sorbitol Asam Lemak. *Laporan Riset Unggulan Terpadu*. Medan.

Ikan, R. 1991. *Natural Product A Laboratory Guide*. Academic Press. London.

Meffert, A. 1984. Technical Uses of Fatty Acid Ester. *J. Am Oil Chem. Soc.* Vol. 61 No.2.

Smith, M.B. 1994. *Organic Synthesis*. McGraw Hill International Edition. Connecticut. USA.