

SINTESIS DIDODEKIL AZELAT DARI REAKSI ESTERIFIKASI DODEKIL KLORIDA DENGAN DIKALIUM AZELAT

Henry Aritonang¹, Mariana Br. Surbakti¹ dan Julimina Riupassa²

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

²Alumni Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sam Ratulangi, Manado

Diterima 03/07/2008; Diterima setelah direvisi 17/08/2008; Disetujui 21/08/2008

ABSTRACT

Aritonang, H et al. 2008. Synthesis of didodekil azelat from esterification between dodekil klorida and dikalium azelat.

It has been conducted the synthesis of didodecyl azelat from esterification reaction of dodecyl chloride with dipotassium azelat by using triethylamine hydrochloride (TEA-HCl) as catalyst. The esterification of didodecyl azelat using by TEA-HCl was a condition of reflux on heating at 70 °C. The result of product was performed by means of infra red (IR) and melting point. The structure of ester didodecyl azelat was identified by IR spectrometry which shows absorption at 1724.52 cm⁻¹ indicating ester from ester aliphatic group. The result showed that ester didodecyl azelat could be formed by esterification reaction dipotassium azelat with dodecyl chloride and yield which was 80% and melting point was 293,33. The result concluded that esterification of didodekil azelat could be synthesized using triethylamine hydrochloride (TEA-HCl) as catalyst.

Keywords: synthesis, esterification, stainless steel, didodecyl azelat, IR spectrometry

PENDAHULUAN

Asam lemak minyak kelapa terdiri dari asam lemak jenuh, yaitu laurat (44,0 - 52,0 %), miristat (13,0 - 19,0 %), palmitat (7,5 - 10,5 %), kaprilat (5,5 - 9,5 %), kaprat (4,5 - 9,5 %), stearat (1,0 - 3,0 %), kaproat (0,0 - 0,8 %), arakhidat (0,0 - 0,4 %) dan asam lemak tidak jenuh yaitu oleat (5,0 - 8,0 %), linoleat (1,5 - 2,5 %) serta palmitoleat (0,0 - 1,3 %) (Ketaren, 1986). Berdasarkan data komposisi asam lemak minyak kelapa terlihat bahwa asam laurat merupakan asam lemak terbanyak pada minyak kelapa. Oleh karena itu minyak kelapa biasanya disebut sebagai minyak laurat (Budiarso, 2004).

Asam laurat merupakan bahan dasar dari industri oleokimia yang dibutuhkan dalam jumlah besar, seperti dalam pembuatan pelumas, bahan kosmetik, deterjen dan lain-lain. Asam laurat memiliki keunggulan komparatif tersendiri dan tidak dapat disaingi oleh produk oleokimia yang dihasilkan dari minyak nabati lainnya misalnya pada pembuatan deterjen, garam kalium (K), natrium (Na), trietanolamin (TEA) dan dietanolamin (DEA) dari asam laurat memiliki kemampuan membentuk busa yang baik (Rindangan et al., 2003). Produk oleokimia yang dihasilkan dari industri oleokimia minyak

kelapa meliputi asam lemak, metil ester asam lemak, gliserin (Wahid, 1998).

Asam lemak bila diesterifikasi dengan metanol atau etanol akan membentuk metil ester atau etil ester asam lemak. Proses esterifikasi bertujuan untuk mengubah asam-asam lemak bebas menjadi bentuk ester asam lemak. Senyawa ester asam lemak merupakan zat antara pada industri oleokimia karena mudah diubah menjadi bentuk senyawa turunannya (Meffert, 1984). Senyawa ester asam lemak jika direduksi, maka akan membentuk alkohol. Alkohol dari asam lemak yang diperoleh jika diklorinasi dengan menggunakan fosfor triklorida akan membentuk alkil klorida (Morisson & Boyd, 1987). Untuk menghasilkan suatu bahan pelumas sintetik, alkil klorida direaksikan dengan garam dikalium azelat yang akan membentuk dialkil azelat.

Kindangen *et al.*, (2006) telah mensintesis dodekil klorida dari asam laurat, akan tetapi penelitian yang telah dilakukan hanya sebatas pembuatan alkil klorida. Kami ingin melanjutkan penelitian yang telah dilakukan Kindangen *et al.*, yaitu dari alkil klorida yang dihasilkan direaksikan dengan

garam dikalium azelat untuk menghasilkan suatu dialkil azelat yang dapat digunakan sebagai bahan pelumas sintetik seperti teori yang dikemukakan oleh Johnson (1984).

Ester didodekil azelat yang terbentuk dari reaksi esterifikasi dodekil klorida dan dikalium azelat diekstraksi dengan menggunakan n-heksana dan akuades. n-heksana akan mengikat ester yang telah terbentuk dan untuk membuktikan keberadaan senyawa ester yang diperoleh dari penelitian dilakukan analisa spektrofotometer inframerah. Tujuan penelitian ini adalah mensintesis didodekil azelat dari dodekil klorida dan dikalium azelat melalui reaksi esterifikasi.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah: trietilamin hidroklorida, kloroform, dikalium azelat, dodekil klorida yang disintesis oleh Kindangen *et al* (2006), n-heksana, natrium sulfat anhidrus dan akuades. Alat-alat yang digunakan yaitu: satu set alat refluks, alat destilasi, corong pisah, hot plate, magnet bar, neraca analitik, karet penghisap, pipet mohr dan alat-alat gelas laboratorium lainnya.

Sintesis Didodekil Azelat

Ke dalam labu leher tiga volume 250 mL dimasukkan 27,5 g (0,2 mol) trietilamin hidroklorida. Pelarut kloroform dimasukkan ke dalam labu reaksi melalui corong penetes, kemudian dimasukkan ke dalam labu reaksi serbuk dikalium azelat sebanyak 26,4 g (0,1 mol). Campuran reaksi diaduk selama 15 menit sehingga dikalium azelat tersebut larut dalam kloroform, selanjutnya ditetaskan sebanyak

40,9 g (0,2 mol) dodekil klorida melalui corong penetes secara tetes demi tetes. Penambahan dodekil klorida diikuti dengan pengadukan selama 1 jam dalam suhu kamar. Campuran reaksi selanjutnya direfluks selama 6 jam pada suhu 70 °C. Hasil reaksi yang diperoleh kemudian diuapkan pelarutnya pada suhu 70 °C dan ekstrak yang diperoleh dilarutkan dalam n-heksana dan dicuci dengan akuades masing-masing sebanyak 3 kali. Fraksi n-heksana dipisahkan selanjutnya dikeringkan dengan menambahkan natrium sulfat anhidrus, kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh diuapkan pada suhu 70 °C maka diperoleh ekstrak kemudian ditimbang hasil, dihitung rendemennya, ditentukan titik didihnya dan dianalisis struktur melalui pemeriksaan spektroskopi IR.

Penentuan Titik Didih

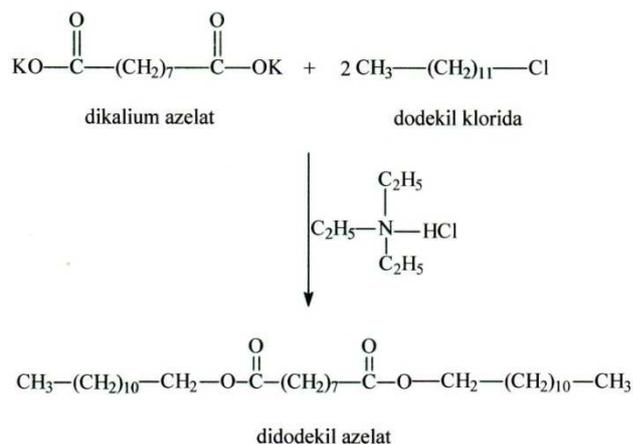
Didodekil azelat yang telah disintesis dimasukkan ke dalam tabung reaksi kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala yang telah berisi minyak goreng. Dimasukkan termometer ke dalam tabung reaksi yang berisi didodekil azelat, dipanaskan gelas piala di atas *hot plate* hingga suhu konstan dan dicatat suhunya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Didodekil Azelat

Reaksi pembentukan ester didodekil azelat melalui reaksi esterifikasi antara 26,4 g (0,1 mol) dikalium azelat; 40,9 g (0,2 mol) dodekil klorida dan 27,5 g (0,2 mol) trietilamin hidroklorida menghasilkan 41,92 g ester didodekil azelat.

Secara stoikiometris, reaksi esterifikasi dikalium azelat dengan dodekil klorida dengan menggunakan katalis trietilamin hidroklorida menghasilkan ester didodekil azelat dapat dituliskan sebagai berikut:

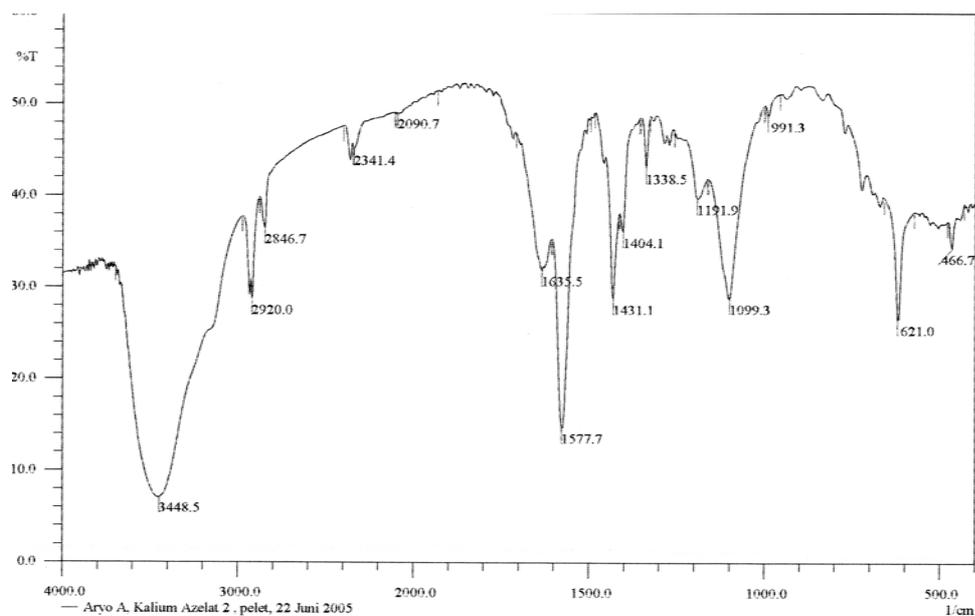


Dari persamaan reaksi di atas dapat dilihat bahwa satu mol asam dikalium azelat bereaksi dengan dua mol dodekil klorida menghasilkan satu mol didodekil azelat. Secara teoritis reaksi antara 0,1 mol dikalium azelat dan 0,2 mol dodekil klorida menghasilkan 0,1 mol didodekil azelat.

Hasil didodekil azelat secara teoritis = 0,1 mol x berat molekul didodekil azelat

Hasil dari data spektroskopi inframerah memberikan puncak-puncak frekuensi vibrasi pada daerah bilangan gelombang 2893,48 cm^{-1} dan 2671,65 cm^{-1} ; 1724,52 cm^{-1} ; 1464,10 cm^{-1} ; 1415,88 cm^{-1} ; 1375,37 cm^{-1} ; 1284,71 cm^{-1} ; 1035,87 cm^{-1} . Adanya senyawa didodekil azelat dapat dilihat dari hasil data spektroskopi

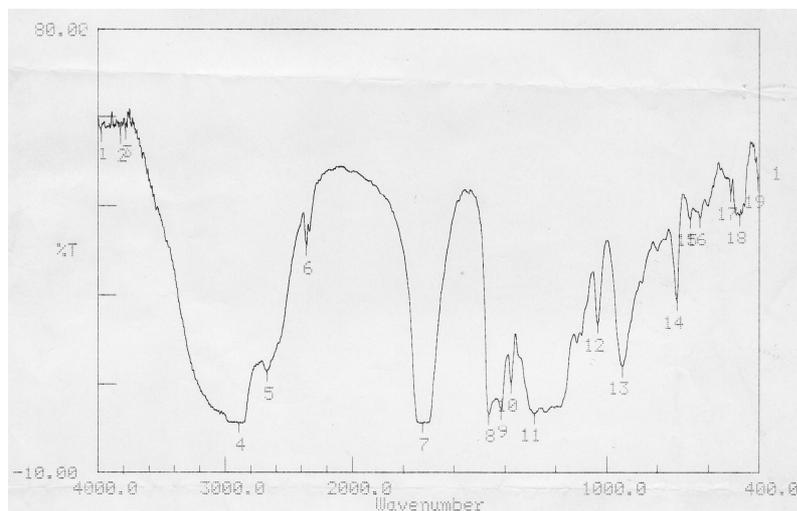
inframerah. Spektrum inframerah memberikan puncak pada daerah bilangan gelombang 2893,48 cm^{-1} dan 2671,65 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur C-H pada CH_2 etilen dan $-\text{CH}_3$. Serapan pada bilangan gelombang 1724,52 cm^{-1} menunjukkan serapan khas dari uluran C=O untuk gugus ester alifatik, yaitu antara 1750 cm^{-1} - 1735 cm^{-1} . Adanya serapan pada bilangan gelombang 1464,10 cm^{-1} dan 1415,88 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur dari CH_2 , sedangkan serapan pada bilangan gelombang 1375,37 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur dari $-\text{CH}_3$. Serapan pada bilangan gelombang 1284,71 cm^{-1} sampai 1035,87 cm^{-1} menunjukkan tekukan C-O ester dari didodekil azelat (Silverstein, *et al.*, 1991) (Gambar 2).



Gambar 1. Spektrum Infra Merah Dikalium Azelat

Umumnya untuk gugus ester alifatik dengan jumlah atom C yang relatif sedang atau pendek akan memberikan serapan pada bilangan gelombang antara 1750 cm^{-1} - 1735 cm^{-1} Namun dalam penelitian ini, daerah serapan bilangan gelombang untuk ester adalah $1724,52\text{ cm}^{-1}$. Rendahnya frekuensi serapan untuk ester ini dikarenakan memiliki rantai

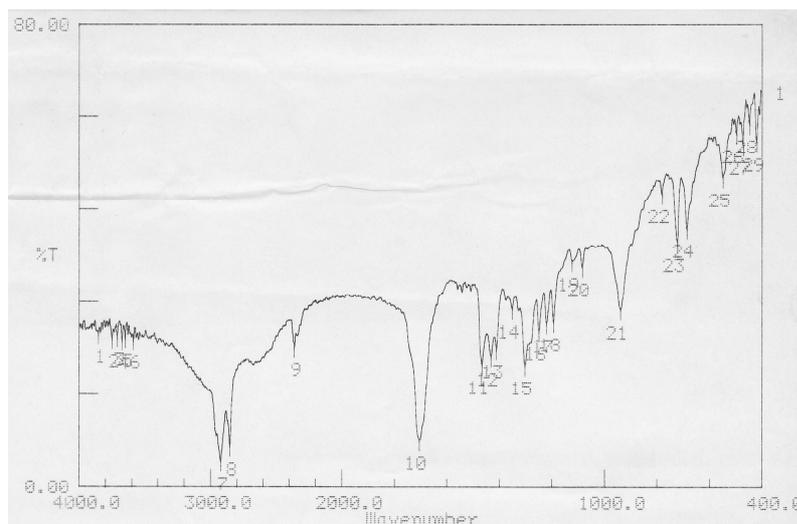
atom C yang panjang dan terbuka (alifatik) dimana jumlah atom C berjumlah 33 buah. Hal ini sesuai dengan yang dikatakan oleh Silverstein *et al.*, (1991) bahwa makin panjang rantai maka akan menurunkan frekuensi serapan (panjang gelombang lebih besar) relatif terhadap frekuensi ester alifatik jenuh yang umum (1750 cm^{-1} - 1735 cm^{-1}).



Gambar 2. Spektrum Infra Merah Didodekil Azelat

Dengan melihat gambar 2 di atas, terlihat adanya vibrasi ulur C=O pada bilangan gelombang $1724,52\text{ cm}^{-1}$ dan vibrasi ulur C-O pada daerah bilangan gelombang $1284,71\text{ cm}^{-1}$ sampai $1035,87\text{ cm}^{-1}$ yang khas untuk ester. Hasil dari data spektrum FT-IR untuk dikalium azelat dan dodekil klorida memberikan puncak

yang berbeda pada serapan struktur gugus fungsinya (Gambar 3 & 4), dimana dari data kedua senyawa tersebut tidak terdapat puncak serapan untuk C=O ester pada daerah 1750 cm^{-1} - 1735 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwa ester (didodekil azelat) telah terbentuk (Gambar 2).



Gambar 3 Spektrum Infra Merah Dodekil Klorida

Penentuan Titik Didih

Dari penentuan titik didih senyawa ester yang dihasilkan, rata-rata diperoleh sebesar 293 °C (diperoleh dari tiga kali pengulangan) (Tabel 2).

Tabel 2. Penentuan titik didih didodekil azelat

No	Ulangan	Td (°C)
1.	I	293
2.	II	294
3.	III	293
Rata-rata		293,33

Dari hasil yang diperoleh terlihat bahwa titik didih senyawa didodekil azelat sangat tinggi.

KESIMPULAN

Ester didodekil azelat telah terbentuk melalui reaksi esterifikasi dikalium azelat dengan dodekil klorida menggunakan katalis trietilamin hidroklorida. Rendemen hasil yang diperoleh sebesar 80% dan titik didih rata-rata sebesar 293,33 °C. Daerah serapan bilangan gelombang dari spektrum inframerah yang mendukung ester didodekil azelat adalah munculnya serapan pada bilangan gelombang 2893,48 cm⁻¹ dan 2671,65 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur C-H pada CH₂ etilen dan -CH₃. Serapan pada bilangan gelombang 1724,52 cm⁻¹ menunjukkan serapan khas dari uluran C=O untuk gugus ester alifatik, yaitu antara 1750 cm⁻¹-1735 cm⁻¹. Adanya serapan pada bilangan gelombang 1464,10 cm⁻¹ dan 1415,88 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur dari CH₂, sedangkan serapan pada bilangan gelombang 1375,37 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur dari -CH₃. Serapan pada bilangan gelombang 1284,71 cm⁻¹ sampai 1035,87 cm⁻¹ menunjukkan tekukan C-O ester dari didodekil azelat.

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]. USU, Medan

- Aritonang, H. F. 2003. *Pengembangan Teknologi Melalui Pemanfaatan Asam Lemak Bebas Minyak Kelapa Dalam Pembuatan Bahan Dasar Pelumas*. Laporan Akhir Tahun. Riset Pengembangan Kapasitas (RPK). Manado
- Aritonang, H. F. 2006. *Sintesis Metil Ester Asam Lemak Minyak Kelapa Melalui Reaksi Transesterifikasi Katalis Basa*. SAINS. Vol. 6. No. 1
- Budiarso I. T. 2004. *Minyak Kelapa, Minyak Paling Aman dan Paling Sehat*. <http://groups.yahoo.com/group/wismamas> [4 oktober 2006]
- Dean Jhon A. 1987. *Organic Chemistry*. McGraw-Hill, Inc.
- Fessenden and Fessenden. 1995. *Kimia Organik. Jilid 1*. Erlangga, Jakarta.
- Fessenden and Fessenden. 1999. *Kimia Organik. Jilid 2*. Erlangga, Jakarta.
- Johnson, R. W. 1984. *The Chemistry of Dibasic and Polybasic Fatty Acids*. JAOCS. Vol. 61. No. 2
- Ketaren, S. 1989. *Minyak dan Lemak Pangan*. UI-Press, Jakarta
- Kindangen, F. 2006. *Sintesis Dodekil Klorida dari Asam Laurat [persiapan]*. UNSRAT, Manado
- Matsjeh, S. 1993. *Kimia Organik Dasar I*. FMIPA UGM, Yogyakarta
- Meffert, A. 1984. *Technical Uses of Fatty Acid Ester*. JAOCS. Vol. 61 No. 2
- Messerschmidt G. R. and Harthcock A. M. 1988. *Infrared Microspectroscopy*. Marcel Dekker, Inc. New York
- Morrison, R. T. and Boyd, R. N. 1987. *Organic Chemistry. Fifth edition*. Allyn and Bacon. Inc. New York
- Rindengan, B. S. 2003. *Teknologi Pengolahan Metil Ester dari Minyak Kelapa*. BALITKA, Manado
- Sastrohamidjojo, H. 1985. *Spektroskopi*. Liberty, Yogyakarta
- Silverstein, Bassler and Morrill. 1991. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Fifth edition. Jhon Wiley & Sons. Inc, Kanada
- Smith, H. V. 1985. *Oleochemical in the Plastics Industry*. JAOCS. Vol. 62 No. 2
- Wahid, P. 1998. *Modernisasi Usaha Pertanian Berbasis Kelapa*. Pusat Penelitian dan Pengembangan Tanaman Industri. Bogor
- Winarno, F. G. 1984. *Kimia Pangan dan Gizi*. PT. Gramedia. Jakarta