

**LAPORAN AKHIR**  
**PROGRAM PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN**  
**ILMU PENGETAHUAN DAN TEKNOLOGI**  
**KEGIATAN : INSENTIF RISET MIPA**  
**TAHUN 2006**

**BIDANG KIMIA**

**SINTESIS ESTER DIDODEKIL (C<sub>12</sub>) AZELAT**  
**SEBAGAI BAHAN DASAR PELUMAS**  
**YANG DITURUNKAN DARI ASAM LEMAK**  
**MINYAK KELAPA**

Oleh :

**HENRY F. ARITONANG, SSi, M.Si**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUANALAM**  
**UNIVERSITAS SAM RATULANGI**  
**JL. KAMPUS UNSRAT**  
**MANADO**

## ABSTRAK

Penelitian sintesis ester didodekil azelat sebagai bahan dasar pelumas telah dilakukan. Sintesis ester didodekil azelat ini diperoleh melalui reaksi esterifikasi antara garam dikalium azelat dengan dodekil klorida dengan bantuan katalis trietilamin hidroklorida (TEA-HCl) dengan perolehan hasil sebesar 34,12 gram (65,11%). Titik didih dan titik lebur diperoleh masing-masing 293 °C dan 90 °C. Analisis spektroskopi infra merah menunjukkan adanya serapan pada daerah panjang gelombang 3784,68 – 2893,48  $\text{cm}^{-1}$  dan 2671,65  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi CH dari  $\text{CH}_2$  maupun  $\text{CH}_3$ , yang diperkuat dengan frekuensi 1464,10-1415,88  $\text{cm}^{-1}$  untuk  $\text{CH}_2$  (metilen) dan 1375,37  $\text{cm}^{-1}$  untuk  $\text{CH}_3$ . Serapan pada frekuensi 1724,52  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan serapan dari karbonil C=O ester yang diperkuat dengan serapan pada daerah 1035,87 – 937,49  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi C-O-C ester. Pemeriksaan melalui spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  memberikan pergeseran kimia pada 1 ppm memperlihatkan proton dari  $\text{CH}_3\text{-CH}_2$  yang bertetangga dengan 2 proton dari  $\text{CH}_2$  rantai panjang. Pergeseran kimia 1,5 ppm memperlihatkan proton dari  $\text{CH}_2$  rantai panjang. Pergeseran pada 2,2 ppm memperlihatkan proton dari  $\text{CH}_2$  yang bertetangga dengan gugus C=O dan pergeseran kimia pada daerah 4,1 ppm memperlihatkan proton  $\text{CH}_2$  dari  $\text{CH}_2\text{-O}$ .

## **KATA PENGANTAR**

Dalam menjalankan tugasnya, Kementrian Riset dan Teknologi (RISTEK) memiliki tugas dan fungsi untuk membina sumber daya manusia Riset Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (SDM RIPTEK). Berbagai program insentif telah dilaksanakan oleh RISTEK untuk meningkatkan kapasitas SDM RIPTEK, diantaranya adalah Riset Sains Dasar Bidang Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (RSDMIPA).

Pada tahun 2005, peneliti diberi kesempatan oleh kementrian riset untuk melakukan penelitian dengan judul : Sintesis Ester Didodekil Azelat Sebagai Bahan Dasar Pelumas yang Diturunkan Dari Asam Lemak Minyak Kelapa. Pada Tahun 2006, peneliti diberikan kesempatan kembali untuk melanjutkan penelitian dengan judul yang sama, dimana pada tahun sebelumnya penelitian tersebut belum selesai.

Hasil penelitian ini masih belum sempurna dalam arti belum memperoleh hasil ester didodekil azelat yang murni. Untuk itu, peneliti berharap agar penelitian ini dapat dilanjutkan kembali untuk tahun mendatang, dengan harapan ester didodekil azelat yang diperoleh lebih murni sehingga dapat dilakukan analisis lebih lanjut. Dengan demikian, peneliti berharap semoga penelitian ini bermanfaat, terima kasih.

## DAFTAR ISI

<b>ABSTRAK .....</b>	<b>i</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>ii</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>iii</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>MATRIK PENELITIAN.....</b>	<b>v</b>
<b>I. PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
I.1. Latar Belakang.....	1
I.2. Perumusan Masalah.....	4
I.3. Tujuan dan Saran.....	4
I.3.1. Tujuan Kegiatan .....	4
I.3.2. Sasaran Kegiatan .....	4
I.4. Hipotesa Dan Kerangka Pemikiran.....	5
I.5. Ruang Lingkup Kegiatan.....	6
<b>2. METODOLOGI.....</b>	<b>8</b>
2.1. Rancangan Metoda .....	8
2.2. Pemilihan Proses/Metoda .....	8
2.3. Eksperimen .....	9
2.3.1. Pembuatan Metil Laurat Dari Minyak Kelapa.....	9
2.3.2. Pembuatan Metil Ester Laurat Dengan Kromatograf .....	13
2.3.3. Sintesis Asam Azelat dari Asam Oleat .....	15
2.3.4. Sintesis Dikalium Azelat .....	18
2.3.5. Sintesis Dodekanol .....	20
2.3.6. Sintesis Dodekil Klorida.....	22
2.3.7. Sintesis Ester Didodekil Azelat .....	25

<b>3. HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	<b>29</b>
3.1. Hasil Yang Dicapai Pada Tahun Ke-1 (Tahun 2005).....	29
3.1.1. Pembuatan Metil Laurat Dari Minyak Kelapa.....	29
3.1.2. Pemisahan Metil Ester Laurat Dengan Kromatografi.....	29
3.1.3. Sintesis Asam Azelat Dari Asam Oleat .....	30
3.1.4. Sintesis Dikalium Azelat .....	30
3.1.5. Sintesis Dodekanol .....	30
3.2. Hasil Yang Dicapai Pada Tahun Ke-2 (Tahun 2006).....	31
3.2.1. Sintesis Dodekanol .....	31
3.2.2. Sintesis Dodekil Klorida.....	31
3.2.3. Sintesis Ester Didodekil Azelat .....	31
3.3. Data Dan Analisis Data serta Pembahasan .....	32
3.3.1. Pembuatan Metil Laurat Dari Minyak Kelapa.....	32
3.3.2. Pemisahan Metil Ester Laurat Dengan Kromatografi.....	35
3.3.3. Sintesis Asam Azelat Dari Asam Oleat .....	37
3.3.4. Sintesis Dikalium Azelat .....	43
3.3.5. Sintesis Dodekanol .....	46
3.3.6. Sintesis Dodekil Klorida.....	49
3.3.7. Sintesis Ester Didodekil Azelat .....	51
<b>4. KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	<b>61</b>
4.1. Kesimpulan .....	61
4.2. Saran .....	61
<b>5. RENCANA SELANJUTNYA</b> .....	<b>62</b>
<b>6. REKOMENDASI</b> .....	<b>63</b>
<b>7. DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>64</b>
<b>8. LAMPIRAN</b>	

## LEMBAR PENGESAHAN

---

1. Judul Penelitian : Sintesis Ester Didodekil Azelat Sebagai Bahan Dasar Pelumas Yang diturunkan Dari Asam Lemak Minyak Kelapa.
2. Ketua Penelitian :
- a. Nama : Henry F. Aritonang, SSi. MSi
  - b. NIP : 132 258 205
  - c. Pangkat/Gol : Penata/IIIc
  - d. Jabatan : Kepala Laboratorium Kimia Dasar
  - e. Fakultas : MIPA
  - f. Jurusan : KIMIA
  - g. Bidang Keahlian : KIMIA Organik
  - h. Alamat Kantor/Telp : Jl. Kampus Unsrat Bahu (0431) 825609)
  - i. Alamat Rumah : Perum Wale Lestari Indah Blok L no. 4, Singkil  
Manado Telp : (0431) 871844 ; 0812 445 0362
3. Personalia :
- a. Jumlah Anggota Personalia : 2 Orang
  - b. Jumlah Pembantu Pelaksana : 1 Orang
  - c. Lokasi Penelitian : Laboratorium Kimia FMIPA UNSRAT
  - d. Biaya Yang Diperlukan : Rp. 107.484.000,- (seratus tujuh juta empat ratus delapan puluh empat ribu rupiah).

---

Mengetahui,  
A.n. Dekan Fakultas MIPA

Manado, 17 Oktober 2006  
Ketua Peneliti

Dr.J.A. Rombang, MSc  
MSi  
NIP. 131 599 110

Henry F. Aritonang, SSi,  
NIP.132 258 205

Mengetahui  
Ketua Lembaga Penelitian UNSRAT

Prof. Dr. Ir. Jhon L. Rantung, MS  
NIP. 131 128 100

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

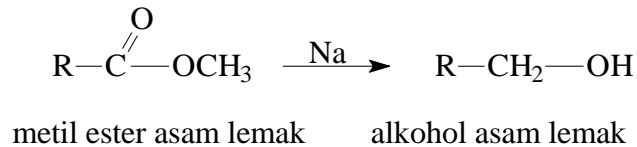
Pelumas merupakan suatu zat yang berada atau disisipkan diantara dua permukaan yang bergerak secara relatif agar dapat mengurangi gesekan antar permukaan tersebut. Biasanya pelumas mengandung beberapa jenis aditif, yaitu: anti oksidan (*anti-oxidant*), peningkat viskositas (*viscosity enhances*), zat anti aus (*anti-wear agent*) dan lain-lain. Secara umum fungsi pelumas adalah sebagai *protection* (memberikan lapisan film cair), *reduction of friction* (meminimalisasi komponen yang bergesekan), *coolnes* (mendinginkan) dan *prevention of corrosion* (melindungi logam) (Anonim, 2005a; Anonim 2005b).

Penggunaan pelumas sudah banyak ditemukan sejak dahulu sebelum masehi menggunakan campuran kapur dan lemak binatang. Selanjutnya pemakaian pelumas digantikan dengan minyak bumi fraksi berat (residu) hasil samping destilasi minyak bumi. Mulai tahun 1920-an pelumas yang baik sudah diproduksi dengan menggunakan vacuum destillation dan beberapa fraksinya dikombinasi dengan sabun untuk mendapatkan gemuk (Saputra, 2000; Anonim, 2005b). Sejalan dengan perkembangan teknologi, pembuatan bahan pelumas mengarah ke bahan sintetik terutama yang bersumber dari tanaman, seperti kelapa sawit dan jarak. Selain ketersediaannya melimpah juga dapat diperbaharui (Nnoezar, 2001; Firdaus, 2003). Dalam hal ini peneliti mencoba memanfaatkannya dari buah kelapa.

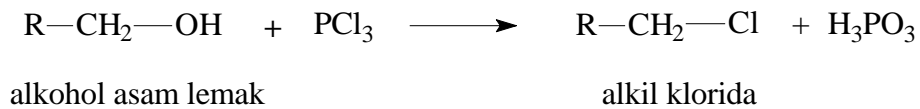
Tanaman kelapa di Sulawesi Utara merupakan salah satu komoditi utama, dimana pada tahun 2002 luas areal kelapa mencapai  $\pm 304,765$  ha dengan produksi kelapa sebesar 341,461 ton/ha (KAPET, 2000; Bapelitbang, 2002). Sebagai upaya peningkatan ekonomi masyarakat maka perlu dilakukan pengkajian pengolahan minyak kelapa.

Tanaman kelapa memiliki buah yang mengandung minyak tersusun atas trigliserida yang merupakan persenyawaan antara satu molekul gliserol dan tiga molekul asam lemak. Komposisi asam lemak tertinggi pada minyak kelapa adalah asam laurat sebesar  $\pm 52\%$ . Oleh karena itu minyak kelapa biasanya disebut sebagai minyak laurat (Ketaren, 1986). 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 interesterifikasi dan dapat dipisahkan secara destilasi fraksinasi (Ikan, 1991; Meffert, 1984). Dapat juga dengan pemisahan kromatografi lapis tipis dan kolom (Aritonang *et al*, 2005).

Metil ester asam lemak seperti metil ester laurat dapat direduksi menjadi alkohol asam lemak (dodekanol) (Smith, 1994; Aritonang *et al*, 2005).

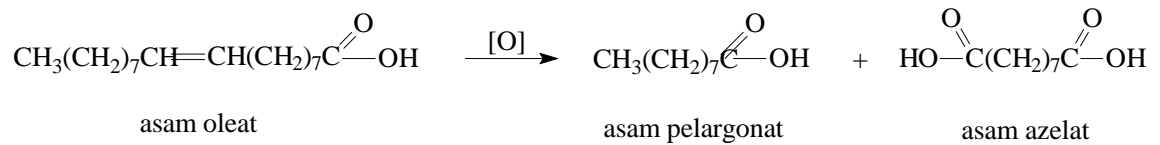


alkohol asam lemak ini selanjutnya diklorinasi menjadi alkil klorida asam lemak

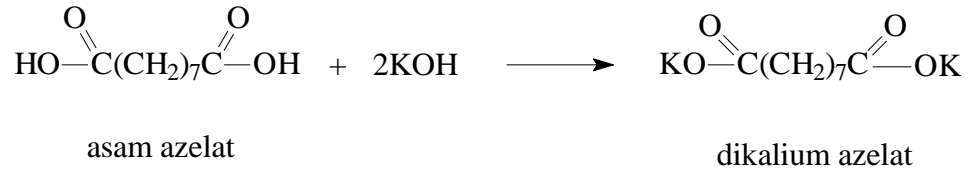


Dalam hubungan ini, peneliti ingin membentuk ester dari alkohol C<sub>12</sub> (dodekanol) dari minyak kelapa dengan asam lemak C<sub>9</sub> yang dwi basa yang digunakan adalah asam azelat yang diturunkan dari hasil oksidasi terhadap asam oleat (komersial) (Kandesch, 1979; Johnson, 1984; Aritonang *et al*, 2005).



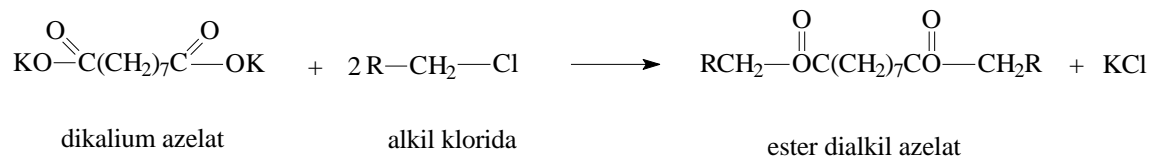


Asam azelat ini selanjutnya dapat digaramkan dengan suatu basa kuat (KOH) membentuk garam dikalium azelat (Aritonang *et al*, 2005).



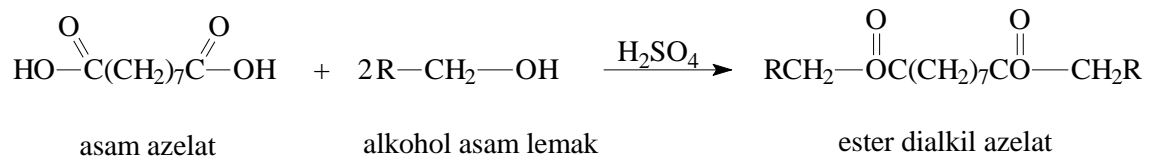
Diester azelat seperti dioktil azelat dan didodekil azelat banyak digunakan sebagai bahan pelumas pada mesin yang digunakan pada tekanan tinggi (Kandesch, 1979; Johnson, 1984).

Alkil klorida dapat diesterifikasikan dengan garam dikalium azelat menggunakan katalis perpindahan dua fasa tridodekilamin hidroklorida (TDA-HCl) seperti halnya dalam esterifikasi pembentukan monoester asam lemak rantai panjang (Brahmana, 1993) untuk membentuk ester dialkil (C<sub>12</sub>) azelat yang dapat digunakan sebagai bahan pelumas.



Dalam riset ini, peneliti menggunakan katalis trietilamin hidroklorida (TEA-HCl).

Dalam sintesis ester didodekil azelat, diduga juga dapat diperoleh melalui reaksi esterifikasi asam azelat dengan dodekanol menggunakan katalis asam sulfat, meskipun kedua reaktan tersebut memiliki panjang rantai sedang, diharapkan dapat berlangsung.



## 1.2. Perumusan Masalah

Asam azelat dapat disintesis menjadi dikalium azelat dengan basa kalium hidroksida, selanjutnya metil ester laurat dapat direduksi dengan logam natrium menghasilkan dodekanol. Dodekanol ini selanjutnya dapat diklorinasi dengan  $\text{PCl}_3$  menghasilkan dodekil klorida, sehingga yang menjadi permasalahan dalam penelitian ini apakah garam dikalium azelat dapat diesterifikasi dengan dodekil korida menggunakan katalis trietilamin hidroklorida menghasilkan ester ester didodekil azelat ?

## 1.3. Tujuan dan Sasaran

### 1.3.1. Tujuan Kegiatan

Tujuan penelitian ini adalah untuk mensintesis ester didodekil ( $\text{C}_{12}$ ) azelat sebagai bahan dasar pelumas yang diperoleh dari asam lemak minyak kelapa.

### 1.3.2. Sasaran Kegiatan

#### 1. Output :

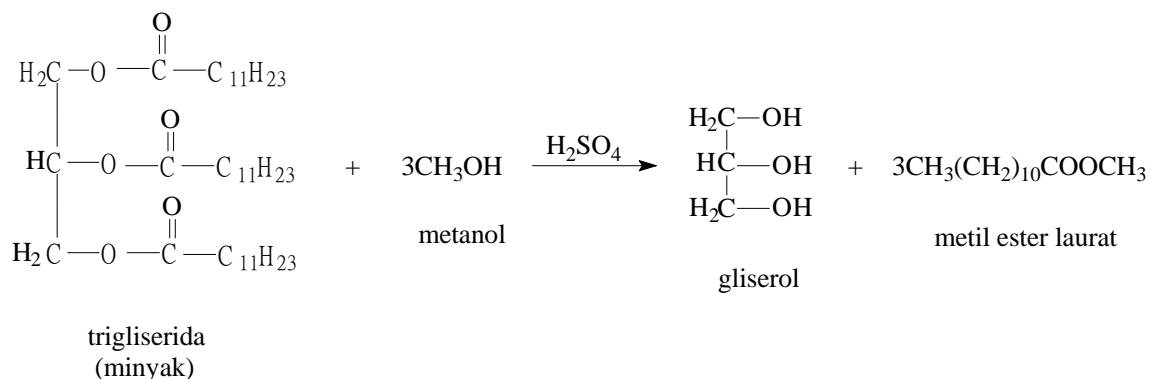
Kegiatan penelitian ini akan memberikan suatu hasil penelitian, dimana dalam pelaksanaannya melibatkan dua orang mahasiswa S-1. dari hasil kegiatan ini, akan dimasukkan ke dalam dua buah jurnal terakreditasi nasional (publikasi), satu buah ke perpustakaan FMIPA Unsrat, satu buah ke Lemlit Unsrat dan satu buah ke Bappeda/Bapelitbang Provinsi Sulut.

## 2. Outcome :

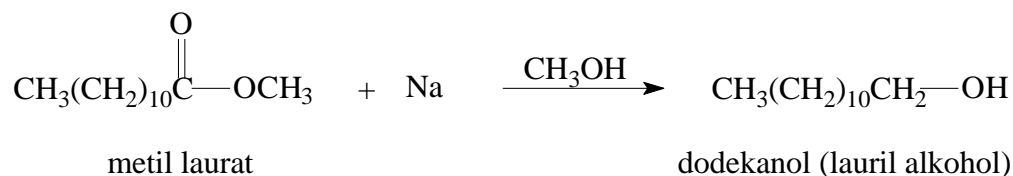
Manfaat yang didapat oleh peneliti adalah diperolehnya hasil penelitian yang bermanfaat bagi Pemerintah Daerah Provinsi Sulawesi Utara dan Dewan Riset Daerah sebagai masukan dalam pengembangan teknologi daerah dimasa datang. Disamping itu, dengan diterbitkannya jurnal hasil penelitian ini akan memberikan masukan kepada mahasiswa dalam menambah ilmu pengetahuan dan kepada staf dosen dalam menjalankan tugas-tugas sebagai staf pengajar di FMIPA Unsrat.

### 1.4. Hipotesis dan Kerangka Pemikiran

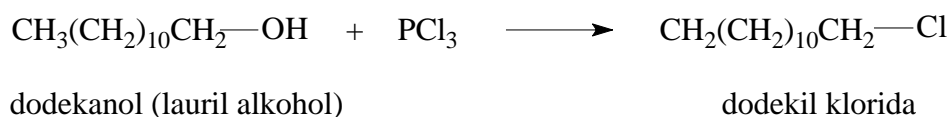
Trigliserida (minyak kelapa) di transesterifikasi dengan metanol membentuk metil laurat (dianggap bahwa minyak kelapa tersusun atas asam laurat).



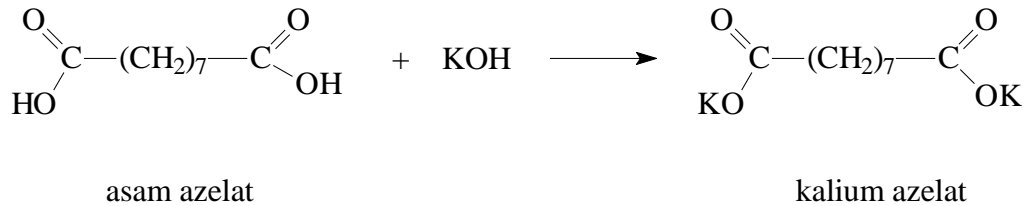
Metil laurat ini selanjutnya direduksi dengan menggunakan logam natrium membentuk dodekanol (alkohol asam lemak).



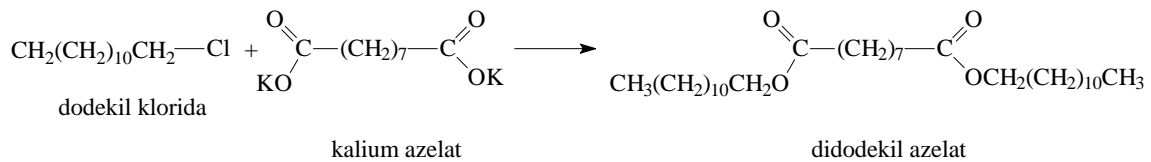
Kemudian dodekanol diklorinasi dengan  $\text{PCl}_3$  menjadi dodekil klorida.



Asam azelat digaramkan dengan KOH untuk membentuk dikalium azelat.



Dodekil klorida ini selanjutnya dapat diesterifikasikan dengan dikalium azelat dengan menggunakan katalis trietilamin hidroklorida untuk membentuk ester didodekil azelat yang dapat digunakan sebagai bahan dasar pelumas.



Oleh karena itu, yang menjadi tujuan dari penelitian ini adalah untuk mensintesis ester didodekil azelat melalui reaksi esterifikasi dikalium azelat dengan dodekil klorida dengan menggunakan katalis trietilamin hidroklorida.

## 1.5. Ruang Lingkup Kegiatan

### Tahun 2005

**Tahap 1** : meliputi pembentukan asam azelat melalui reaksi oksidasi asam oleat menggunakan oksidator  $\text{KMnO}_4$ , penentuan titik lebur asam azelat dan penentuan struktur dengan spektroskopi FT-IR dan  $^1\text{H-NMR}$ .

**Tahap 2** : meliputi pembuatan asam laurat dari minyak kelapa melalui reaksi transesterifikasi minyak kelapa, pemurnian dengan kromatografi lapis tipis dan kromatografi kolom untuk memperoleh metil ester laurat, analisis komposisi asam lemak minyak kelapa dan analisis gugus fungsi metil ester laurat dengan spektroskopi FT-IR.

**Tahap 3** : meliputi pembentukan dikalium azelat melalui reaksi penggaraman asam azelat dengan dikalium hidroksida, penentuan titik lebur, dan analisis gugus fungsi garam dikalium azelat dengan spektroskopi FT-IR.

**Tahap 4** : meliputi pembentukan dodekanol (lauril alkohol) melalui reaksi reduksi metil ester laurat dengan reduktor logam natrium dan analisis gugus fungsi dodekanol dengan spektroskopi Ft-IR.

### **Tahun 2006**

**Tahap 1** : meliputi pembentukan dodekanol kembali dalam jumlah yang lebih banyak untuk diklorinasi dengan  $\text{PCl}_3$  membentuk dodekil klorida, analisis gugus fungsi dodekil klorida dengan spektroskopi FT-IR.

**Tahap 2** : meliputi pembentukan dodekil klorida melalui reaksi klorinasi dodekanol menggunakan  $\text{PCl}_3$ , analisis struktur dengan spektroskopi FT-IR.

**Tahap 3** : meliputi reaksi esterifikasi antara dikalium azelat dengan dodekil klorida menggunakan katalis trietilamin hidroklorida membentuk ester didodekil azelat, penentuan struktur dengan spektroskopi FT-IR,  $^1\text{H-NMR}$  dan MS.

**Tahap 4** : penjelasan paket proses sintesis ester didodekil ( $\text{C}_{12}$ ) azelat skala laboratorium yang optimum, kajian awal teknoekonomi.

## **BAB 2**

### **M E T O D O L O G I**

#### **2.1. Rancangan Metoda**

Metil ester laurat yang diperoleh dari minyak kelapa diperoleh dari reaksi transesterifikasi terhadap minyak kelapa, dimurnikan melalui kromatografi lapis tipis dan kromatografi kolom. Metil ester laurat yang diperoleh direduksi dengan natrium menghasilkan dodekanol, selanjutnya dodekanol ini diklorinasi dengan  $\text{PCl}_3$  menghasilkan dodekil klorida.

Asam oleat dioksidasi dengan  $\text{KMnO}_4$  menghasilkan asam azelat. Asam azelat ini selanjutnya digaramkan dengan basa kalium hidroksida. Sintesis ester didodekil azelat dilakukan melalui reaksi esterifikasi dikalium azelat dengan dodekil klorida dengan bantuan katalis trietilamin hidroklorida.

Penentuan struktur dengan spektroskopi FT-IR,  $^1\text{H-NMR}$  dan MS dilakukan pada ester didodekil azelat. Komposisi asam lemak minyak kelapa dianalisis dengan kromatografi gas. Sedangkan metil ester laurat, asam azelat, dikalium azelat dan dodekanol dianalisis dengan spektroskopi FT-IR.

#### **2.2. Pemilihan Proses/Metoda**

Proses penelitian dilakukan secara eksperimen, dengan tahapan reaksi sebagai berikut (dari tahun 2005 sampai 2006) :

1. Pemisahan metil ester laurat metil ester minyak kelapa dengan metoda isolasi dengan kromatografi
2. Sintesis dodekanol dari metil ester laurat menggunakan logam natrium dengan metoda reaksi reduksi
3. Sintesis asam azelat dari asam oleat menggunakan reduktor  $\text{KMnO}_4$  dengan metoda reaksi oksidasi
4. Sintesis dikalium azelat dari asam azelat dengan kalium hidroksida dengan metoda reaksi oksidasi

5. Sintesis dodekil klorida dari dodekanol dengan  $\text{PCl}_3$  dengan metoda reaksi klorinasi
6. Sintesis ester didodekil azelat dari dikalium azelat dan dodekil klorida menggunakan katalis trietilamin hidroklorida dengan metoda reaksi esterifikasi

## 2.3. Eksperimen

### 2.3.1. Pembuatan Metil Ester Laurat dari Minyak Kelapa

Kedalam labu leher dua kapasitas 250 mL, Dimasukkan 50 gram minyak kelapa dan 100 mL etanol, kemudian diaduk. Dalam keadaan dingin, ke dalam campuran ini ditambahkan asam sulfat pekat sebanyak 13 mL sambil diaduk. Dilengkapi dengan pengaduk magnet, pendingin refluks dan dilakukan pemanasan dibawah refluks selama 10 jam pada suhu  $65^\circ\text{C}$ . Hasil refluks diekstraksi dengan n-heksana dan akuades. Fase organik yang diperoleh ditambahkan dengan natrium sulfat anhidus, disaring, selanjutnya filtrat yang diperoleh diuapkan n-heksananya (bagan 1). Residu yang didapat dianalisis dengan kromatografi gas (*Kromatogram 1*). Metil laurat yang terbentuk amsih bercampur dengan metil ester asam lemak lain yang terkandung dalam minyak kelapa.

Ganbar percobaan penelitian ini dapat dilihat di bawah ini :

#### a. Proses refluks transesterifikasi



b. Proses ekstraksi metil ester



c. Proses penguapan pelarut (rotarievaporasi)



d. Proses pengeringan metil ester dengan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrus



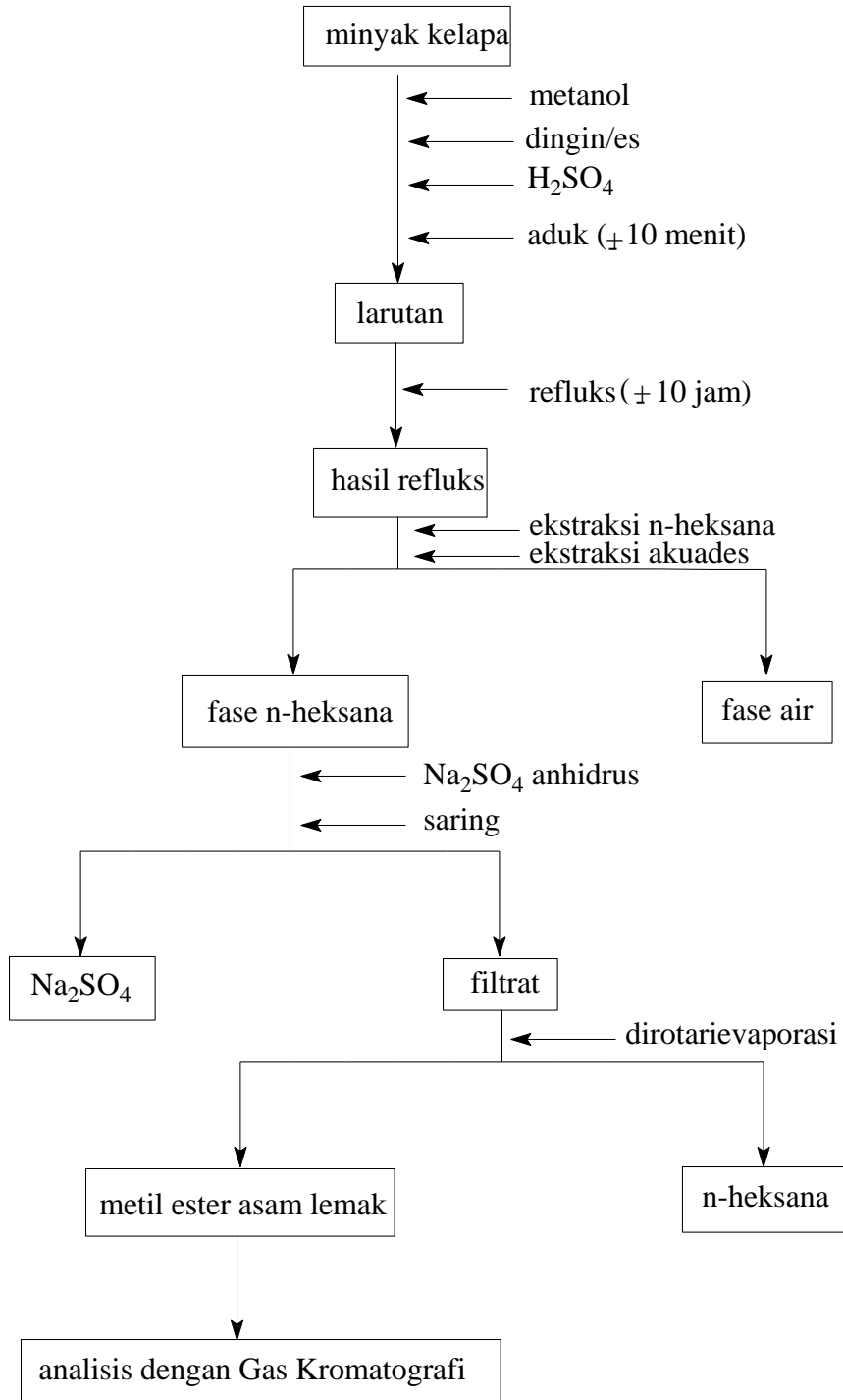


e. Metil ester asam lemak minyak kelapa



Gambar 1. Proses Pembuatan Metil Ester Laurat dari Minyak Kelapa

Bagan 1. Pembuatan Metil Ester Laurat dari Minyak Kelapa



### 2.3.2. Pemisahan Metil Ester Laurat dengan Kromatografi

Pemilihan pelarut yang sesuai untuk memisahkan metil laurat dari campuran metil ester asam lemak minyak kelapa dapat dilakukan dengan kromatografi lapis tipis (KLT) menggunakan pelarut (eluen) yang sesuai dengan cara : 1 mL metil ester asam lemak minyak kelapa diencerkan dengan eluen kemudian ditotolkan pada plat KLT, kemudian dimasukkan ke dalam bejana pengembang yang telah berisi eluaen dengan perbandingan tertentu. Setelah itu, plat KLT dimasukkn ke dalam bejana yang berisi uap iodin untuk melihat noda dari hasil pemisahan. Pelarut yang memberikan pemisahan yang baik digunakan sebagai eluen pada kromatografi kolom (KK)..

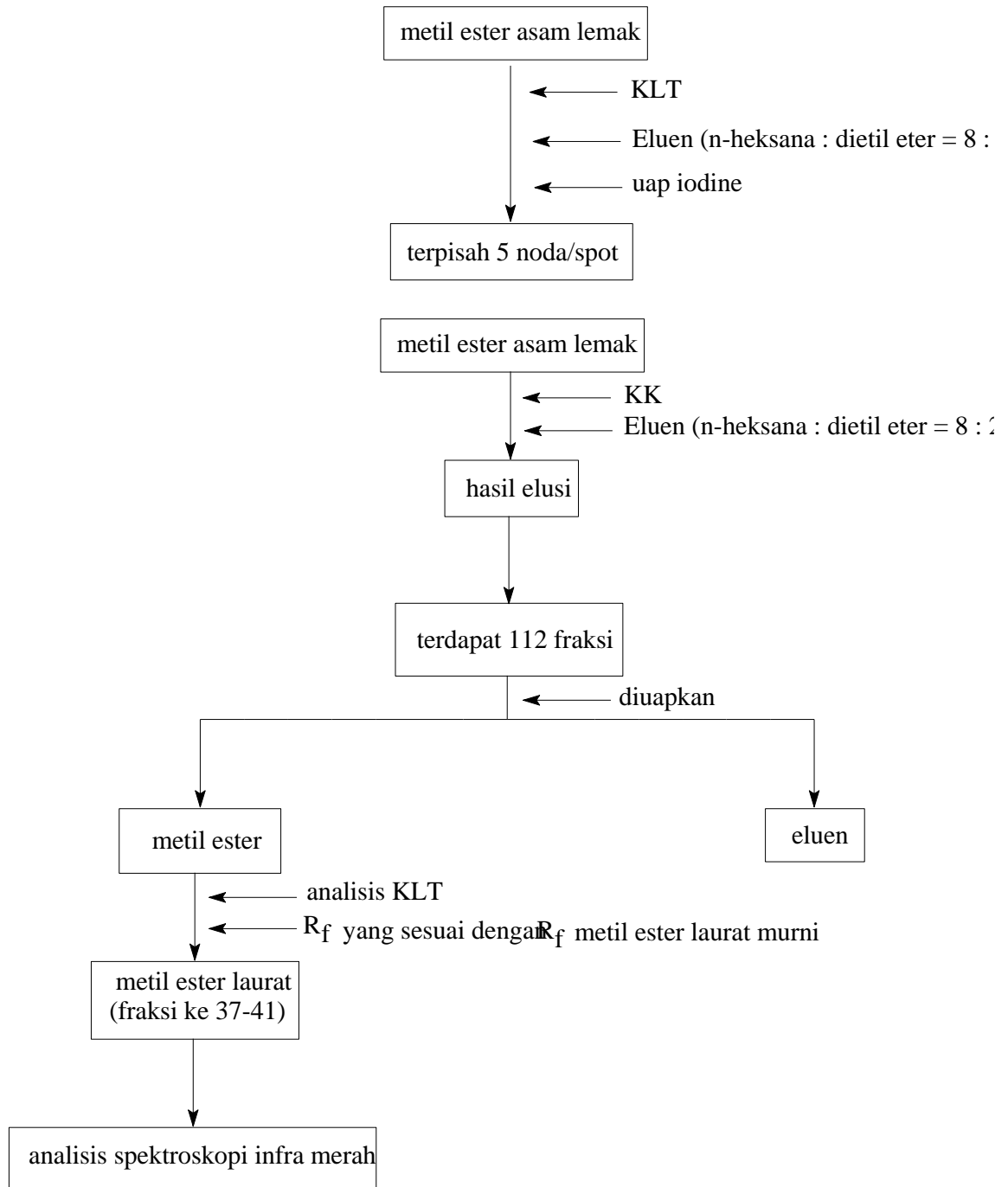
Pemisahan dengan KK dilakukan dengan cara : fase diam (silika gel HF<sub>254</sub>) dicampur dengan eluen, kemudian dimasukkan ke dalam kolom dan dibiarkan semalaman. Selanjutnya sampel (metil ester asam lemak minyak kelapa) diencerkan dengan eluen, kemudian dimasukkan ke dalam kolom lalu dielusi. Masing-masing hasil elusi ditampung pada botol tersendiri sesuai dengan fraksinya, kemudian pelarut dari masing-masing fraksi diuapkan. Residu dari masing-masing fraksi dianalisis dengan KLT, kemudian R<sub>f</sub> yang diperoleh dari masing-masing fraksi tersebut dibandingkan dengan nilai R<sub>f</sub> dari metil laurat murni (Bagan 2).

Gambar percobaan penelitian ini dapat dilihat pada percobaan di bawah ini :



Gambar 2. Proses pemisahan metil laurat dengan kromatografi kolom

## Bagan 2. Pemisahan Metil Ester Laurat dengan Kromatografi



### 2.3.3. Sintesis Asam azelat dari Asam Oleat

Sebanyak 28,2 gram (0,1 mol) asam oleat dilarutkan dalam larutan KOH jenuh. Kedalam wadah (volume 5 L), dimasukkan 75 gram  $\text{KMnO}_4$  dan 1,5 L akuades, dipanaskan sampai suhu  $35^\circ\text{C}$  sambil diaduk sehingga semua permanganat larut. Kemudian campuran tersebut dipanaskan sampai suhu  $60^\circ\text{C}$ , lalu ditambahkan garam dikalium oleat, diaduk selama 20-30 menit dan ditambahkan asam sulfat pekt sebanyak 75 mL. Setelah 10 menit, campuran disaring dalam keadaan hangat. Filtrat yang diperoleh dikristalisasi, disaring dan kristal yang diperoleh dikeringkan dalam oven  $100^\circ\text{C}$  (Bagan 3). Asam azelat yang diperoleh ditentukan titik leburnya, kemudian dianalisis dengan spektroskopi FT-IR dan  $^1\text{H-NMR}$  (*Spektrum 3 dan 4*).

Gambar percobaan penelitian ini dapat dilihat di bawah ini :

- a. Proses reaksi asam oleat dengan  $\text{KMnO}_4$  dalam suasana asam



- b. Proses penyaringan asam azelat



c. Proses pembentukan asam azelat (kristalisasi)

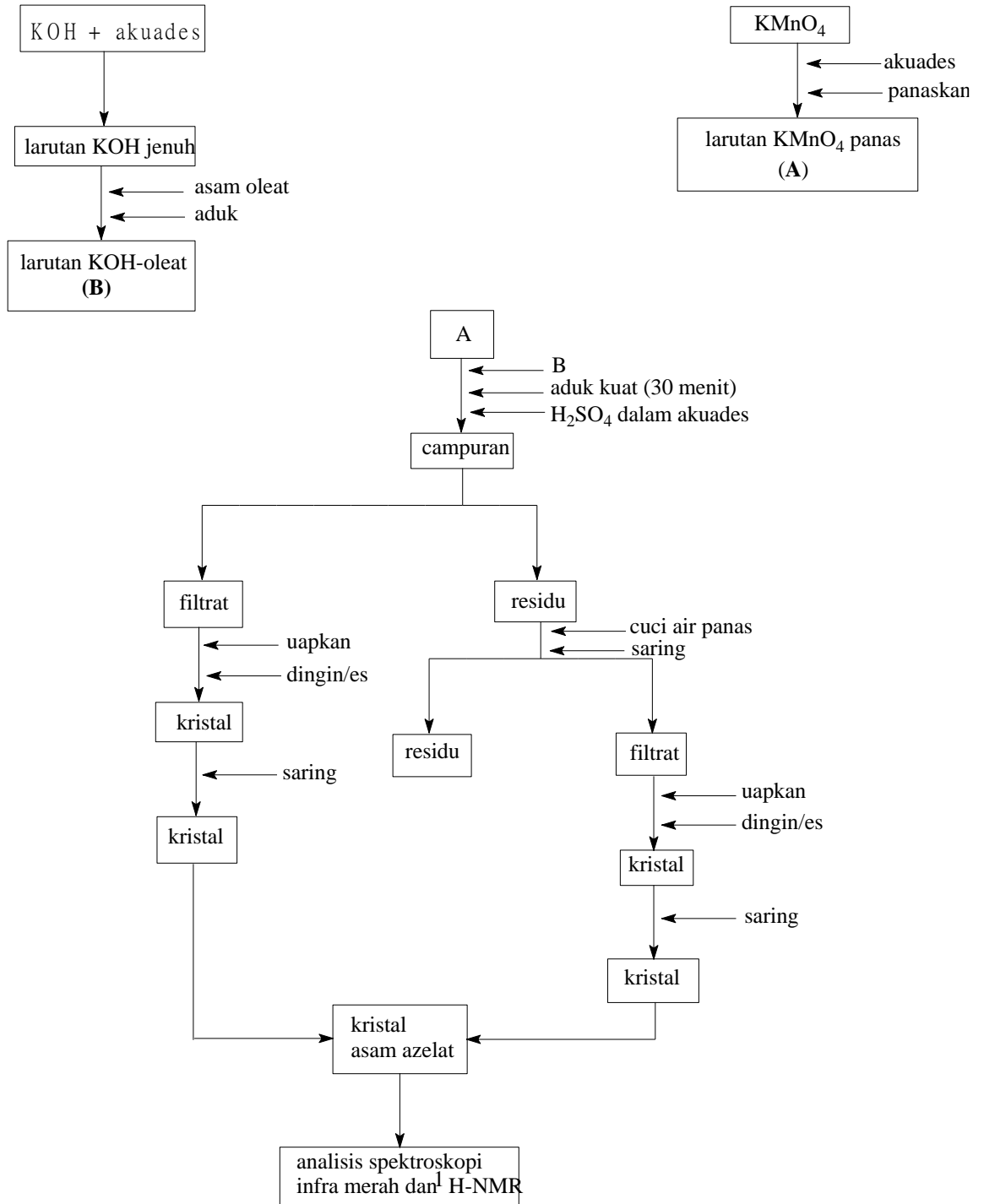


d. Proses penyaringan kristal asam azelat



Gambar 3. Proses pembentukan asam azelat

Bagan 3. Sintesis Asam Azelat dari Asam Oleat



#### 2.3.4. Sintesis Dikalium Azelat

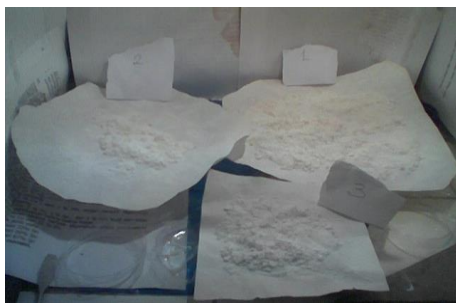
Kedalam labu alas bulat 250 mL dicampurkan 18,8 gram (0,1 mol) asam azelat; 12,32 gram (0,2 mol) kalium hidoksida dan 100 mL etanol. Dilengkapi dengan pengaduk magnet, pendingin refluks dan dilakukan pemanasan dibawah refluks selama 30 menit pada suhu 80 °C. Selanjutnya pemanasan dihentikan dan campuran reaksi dibiarkan mencapai suhu kamar. Campuran reaksi kemudian dirotarievaporasi untuk menguapkan etanolnya. Residu yang tertinggal di dalam labu dilarutkan dalam 20 mL air panas, sambil diaduk. Kemudian campuran reaksi dituangkan ke dalam 150 mL larutan jenuh natrium klorida, diaduk kuat-kuat sambil didinginkan. Kristal yang terbentuk disaring dengan corong hisap, lalu dicuci kristal dengan sedikit larutan jenuh natrium klorida dua kali, kemudian dibilas dengan metanol 60 % dan selanjutnya dengan metanol kering. Selanjutnya kristal dikeringkan pada suhu 100 °C di atas gelas arloji dalam oven (Bagan 4). Dikalium azelat yang diperoleh ditentukan titik leburnya, kemudian dianalisis gugus fungsinya melalui pemeriksaan FT-IR (*Spektrum 5*).

Gambar percobaan penelitian ini dapat dilihat di bawah ini :

- a. Proses pencucian kristal dikalium azelat dengan metanol



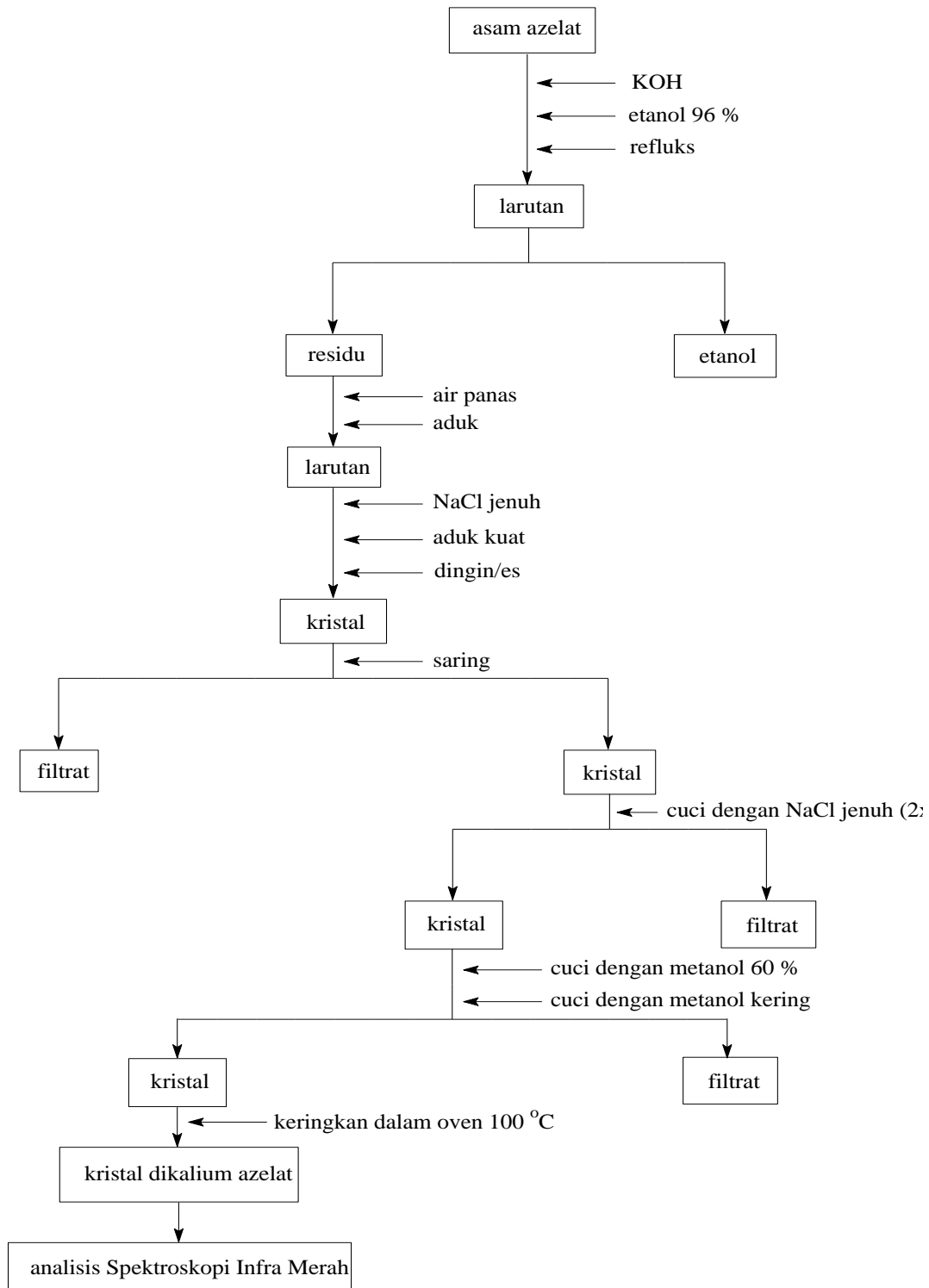
- b. Proses pengeringan kristal dikalium azelat



Gambar 4. Proses pembentukan garam dikalium azelat



### Bagan 4. Sintesis Dikalium Azelat



### 2.3.5. Sintesis Dodekanol

Sebanyak 27,6 gram (1,2 mol) natrium dan 68 mL toluena kering ditempatkan dalam labu alas leher tiga, kemudian labu dihubungkan dengan pengaduk magnet, penangas minyak dan kondenser yang dialiri air. Selanjutnya dilakukan pemanasan hingga natrium melebur, setelah natrium melebur, larutan dibiarkan dingin dan penangas minyak diganti dengan penangas air. Pada kondisi pendinginan dengan es, melalui corong penetes ditambahkan 0,2 mol larutan metil laurat, dalam 50 mL metanol. Setelah penambahan metil laurat selesai dilakukan, pemanasan mulai dilakukan hingga semua natrium bereaksi. Campuran reaksi kemudin didestilasi untuk menghilangkan toluena dan metanol. Kemudian residunya dalam kondisi masih panas dipindahkan dipindahkan ke corong pisah dan dicuci tiga kali dengan 70 mL air panas untuk menghilangkan natrium laurat. Dodekanol kemudian dieskstraksi dengan petroleum eter untuk selanjutnya ekstrak dicuci dengan larutan natrium karbonat dan air. Lapisan eter diberi natrium sulfat anhidrus untuk kemudian eter dipisahkan dengan cara destilasi (Bagan 5). Dodekanol yang diperoleh diidentifikasi melalui pemeriksaan spektroskopi FT-IR (*Spektrum 6*).

Gambar percobaan penelitian ini dapat dilihat di bawah ini :

#### a. Proses refluks

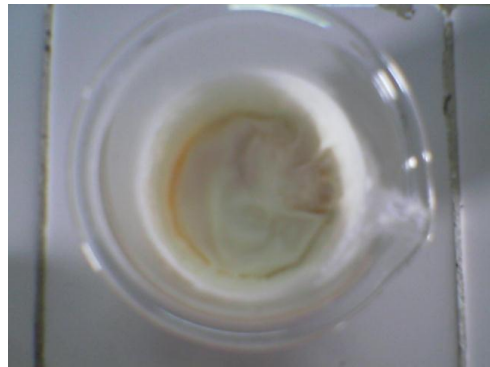
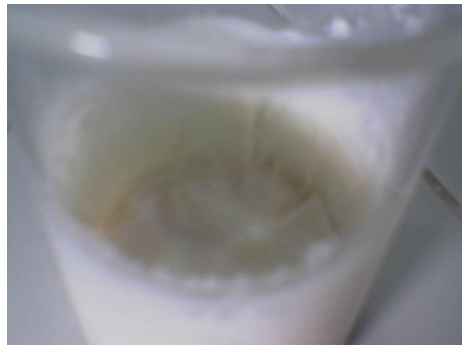




b. Proses ekstraksi dodekanol

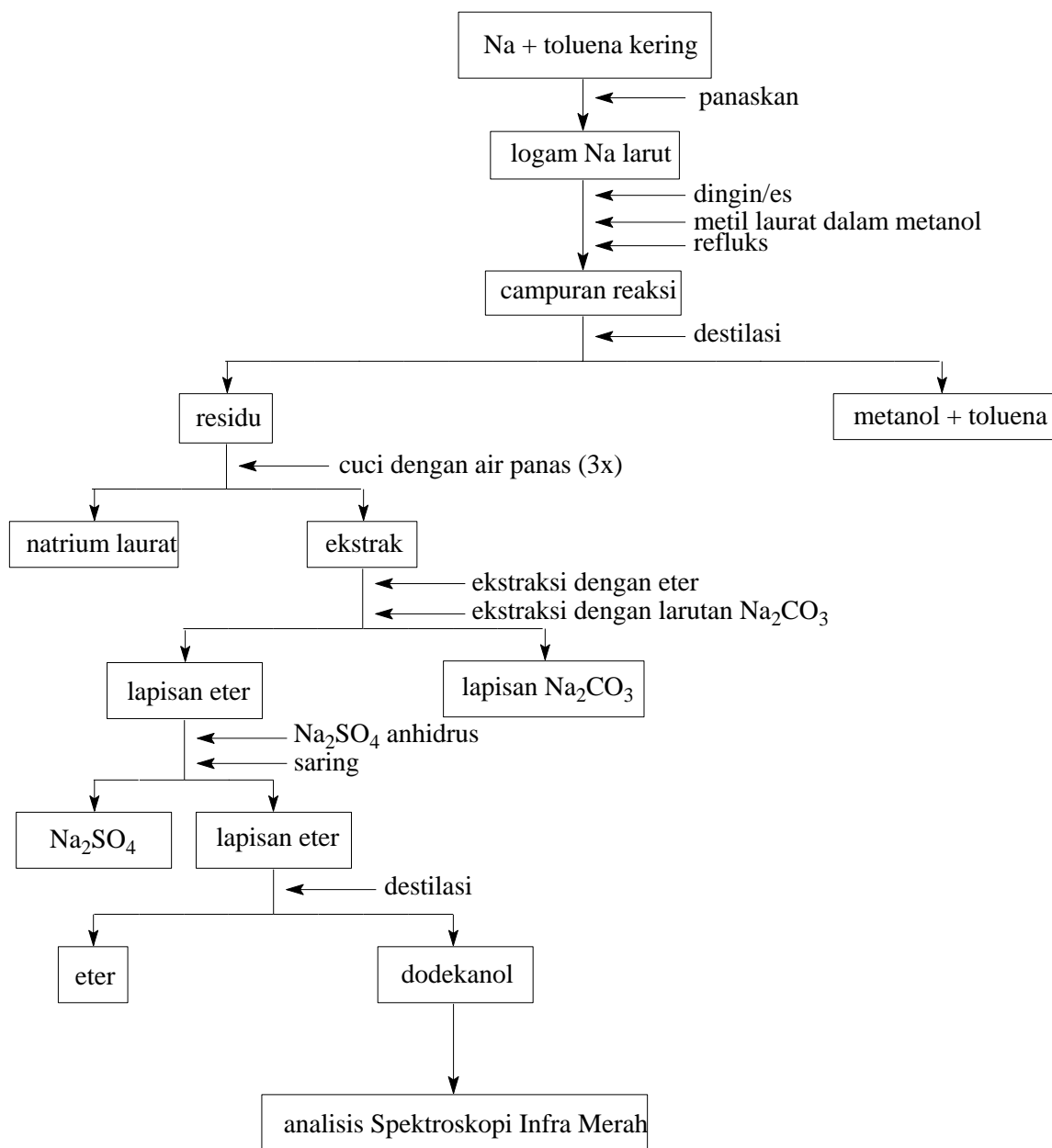


c. Dodekanol



Gambar 5. Proses pembentukan dodekanol

### Bagan 5. Sintesis Dodekanol



#### 2.3.6. Sintesis Dodekil Klorida

Sebanyak 0,05 mol (5 mL)  $\text{PCl}_3$  ditempatkan dalam labu alas leher tiga, kemudian labu dihubungkan dengan pengaduk magnet, pemanas air yang diberi air 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 telah dilarutkan dalam 20 mL kloroform. Setelah penambahan dodekanol selesai, campuran reaksi direfluks selama 6 jam. Kelebihan  $\text{PCl}_3$  yang tidak ikut bereaksi diuapkan. Kemudian hasil reaksi disaring serta dibilas dengan 50 mL kloroform. Filtrat hasil saringan diuapkan melalui rotarievaporator, kemudian residu yang tinggal adalah dodekil klorida. Selanjutnya hasil reaksi diidentifikasi dengan spektrofotometer FT-IR.

Gambar percobaan penelitian ini dapat dilihat di bawah ini :

a. Proses refluks

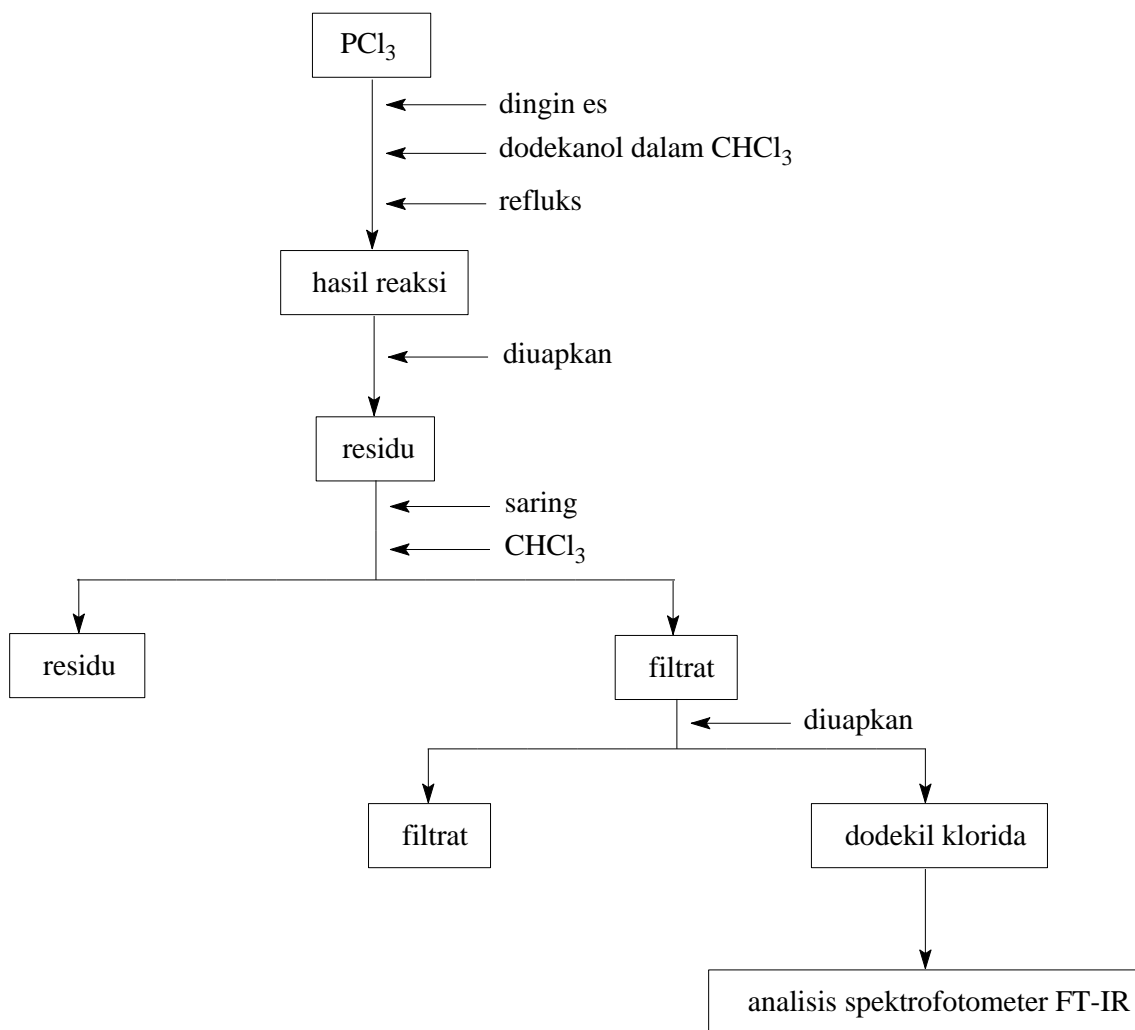


b. Dodekil klorida



Gambar 6. Proses pembentukan dodekil klorida

### Bagan 6. Sintesis Dodekil Klorida



### 2.3.7. Sintesis Ester Didodekil Azelat

Kedalam labu leher tiga volume 250 mL ditempatkan 41,1 gram (0,3 mol) trietilamin hidroklorida. Melalui corong penetes dimasukkan pelarut kloroform ke dalam labu reaksi. Kemudian sebanyak 39,6 gram (0,15 mol) dikalium azelat yang telah disurbukkan dimasukkan ke dalam labu reaksi dengan diikuti pengaliran gas nitrogen. Campuran reaksi diaduk selama 15 menit sehingga dikalium azelat tersebut larut dalam kloroform. Selanjutnya diteteskan sebanyak 40,9 gram (0,2 mol) dodekil klorida melalui corong penetes secara tetes demi tetes. Penambahan dodekil klorida diikuti dengan pengadukan pada suhu kamar selama 1 jam. Setelah itu, campuran reaksi direfluks selama 6 jam pada suhu 60-70 °C. Hasil reaksi yang diperoleh setelah diuapkan pelarutnya dilarutkan kembali dalam heksana dan dicuci dengan air. Hasil cucian dikeringkan dengan natrium sulfat anhidrus, selanjutnya setelah diupkan heksana, residu yang diperoleh diuji kemurniannya melalui pemeriksaan kromatografi lapis tipis serta pemurniannya dilakukan secara kolom kromatografi menggunakan adsorben silika gel G-60 dengan eluaen tertentu yan akan dicari dan sesuai untuk pemisahan ester tersebut. Kebenaran strukturnya dibuktikan melalui pemeriksaan spektroskopi FT-IR, <sup>1</sup>H-NMR san MS.

Gambar percobaan penelitian ini dapat dilihat di bawah ini :

#### a. Proses refluks





b. Proses penambahan dodekil klorida



c. Proses ekstraksi ester





d. Proses pemisahan ester didodekil azelat dengan kromatografi kolom

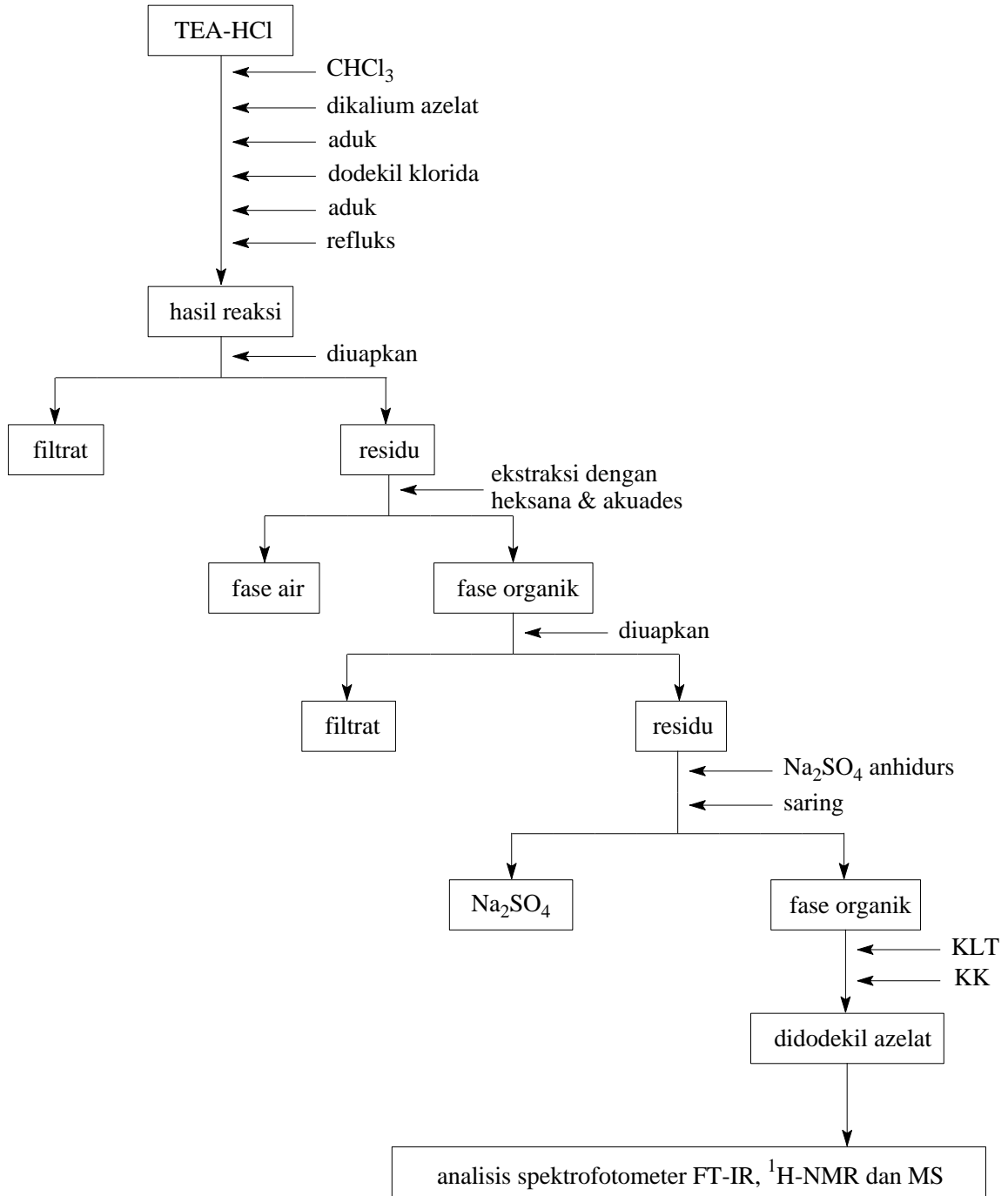


e. Ester didodekil azelat



Gambar 7. Proses sintesis Ester Didodekil Azelat

### Bagan 7. Sintesis Ester Didodekil Azelat



## **BAB 3**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **3.1. Hasil Yang Dicapai Pada Tahun ke-1 (Tahun 2005)**

##### **3.1.1. Pembuatan Metil Ester Laurat dari Minyak Kelapa**

Reaksi transesterifikasi antara 50 gram minyak kelapa dan 100 mL methanol dengan 12,8 mL asam sulfat pekat menghasilkan metal ester asam lemak minyak kelapa sebanyak 47,86 gram (rendemen 95,13 %). Metal ester asam lemak yang dihasilkan dari transesterifikasi minyak kelapa merupakan metal ester asam lemak campuran.

Dari kromatogram dapat diperoleh bahwa, kandungan asan laurat pada minyak kelapa sebesar 50,6525 %. Untuk melihat lebih jelas kromatogram, dapat dilihat pada *kromatogram 1*.

##### **3.1.2. Pemisahan Metil Ester Laurat dengan Kromatografi**

Pemisahan metil laurat dari campuran metil ester asam lemak minyak kelapa hasil transesterifikasi dilakukan dengan KK dengan terlebih dahulu dicari eluen yang sesuai untuk memisahkan metil laurat dari campuran metil ester asam lemak minyak kelapa tersebut dengan menggunakan KLT. Dari hasil percobaan dengan KLT untuk memisahkan metil ester laurat diperoleh eluaen yang terbaik dengan menggunakan pelarut (eluen) n-heksana dan dietil eter dengan perbandingan 8 : 2 (n-heksana : dietil eter). Penggunaan eluan ini diperoleh 5 noda/spot pada plat KLT, yang berarti bahwa ada kemungkinan lima jenis senyawa (metil ester asam lemak) yang dapat dipisahkan dan jarak antara noda satu dengan yang lain tidak terlalu dekat sehingga memungkinkan terjadi pemisahan yang baik pada KK. Dari noda/spot yang diperoleh, ada spot yang  $R_f$  nya sama dengan  $R_f$  dari metil laurat murni.

Setelah diperoleh eluen yang baik dari KLT, dilakukan pemisahan metil ester laurat dengan KK. Dari 12 gram metil ester asam lemak minyak kelapa yang dipisahkan pada KK diperoleh 5,2 gram metil ester laurat yaitu fraksi 37-41 dari 112 fraksi hasil kolom. Fraksi 37-41 dianggap sebagai metil ester laurat karena memiliki jarak noda

yang sama dengan jarak noda metil ester laurat murni pada plat KLT. Metil ester laurat yang diperoleh dianalisis dengan spektroskopi infra merah (*Spektrum 1*).

### 3.1.3. Sintesis Asam Azelat dari Asam Oleat

Sebanyak 28,2 gram (0,1 mol) asam oleat yang dilarutkan dalam larutan KOH jenuh dan 75 gram  $\text{KMnO}_4$  menghasilkan asam azelat sebanyak 16,38 gram (rendemen 87,13 %). Penentuan titik lebur asam azelat mencapai 106 °C.

Data spektroskopi FT-IR memberikan puncak-puncak frekuensi vibrasi pada daerah bilangan gelombang 3400-2400  $\text{cm}^{-1}$ ; 2933,5-2848,7  $\text{cm}^{-1}$ ; 1697,2  $\text{cm}^{-1}$ ; 1467,7-1409,9  $\text{cm}^{-1}$ ; 1251,7  $\text{cm}^{-1}$  dan 927,7  $\text{cm}^{-1}$ . sedangkan hasil analisa spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  memberikan pergeseran kimia dengan tiga lingkungan kimia yang berbeda, yaitu 1,6 ppm; 2,1 ppm dan 10,7 ppm (*Spektrum 3 dan 4*).

### 3.1.4. Sintesis Dikaliun Azelat

Pada sintesis dikaliun azelat yang diperoleh dari reaksi antara asam azelat sebanyak 18,8 gram (0,1 mol) dan dikaliun hidroksida berlebih (12,32 gram ; 0,22 mol) dalam etanol diperoleh 22,94 gram (rendemen 86,89 %) dikaliun azelat. Penentuan titik lebur dikaliun azelat mencapai 216 °C.

Selanjutnya dari hasil pemeriksaan spektroskopi infra merah memberikan puncak-puncak frekuensi vibrasi pada daerah bilangan gelombang 3400-3200  $\text{cm}^{-1}$ ; 2920-2846,7  $\text{cm}^{-1}$ ; 1577,7  $\text{cm}^{-1}$ ; 1431,1-1404,1 dan 1191,9-1099,3  $\text{cm}^{-1}$ . (*Spektrum 5*).

### 3.1.5. Sintesis Dodekanol

Reduksi metil laurat (0,2 mol) menggunakan logam natrium (27,6 gram; 1,2 mol) dalam toluena 70 mL menghasilkan dodekanol sebanyak 22,23 gram (rendemen 60 %). Dari uji titik lebur dengan pengulangan sebanyak tiga kali diperoleh rata-rata 90 °C.

Selanjutnya dari hasil pemeriksaan spektroskopi infra merah memberikan puncak-puncak frekuensi vibrasi pada daerah bilangan gelombang 3500-3100  $\text{cm}^{-1}$ ; 3000-2852  $\text{cm}^{-1}$ ; 1465-1400  $\text{cm}^{-1}$ ; 1377,1-1353,9  $\text{cm}^{-1}$  dan 1056,9  $\text{cm}^{-1}$  (*Spektrum 6*).

## **3.2. Hasil Yang Dicapai Pada Tahun ke-2 (Tahun 2006)**

### **3.2.1. Sintesis Dodekanol**

Sintesis dodekanol dilakukan kembali pada tahun ke-2, untuk menambah jumlah dodekanol yang diperlukan untuk mensintesis dodekil klorida.

Reduksi metil laurat (0,2 mol) menggunakan logam natrium (27,6 gram; 1,2 mol) dalam toluena 70 mL menghasilkan dodekanol sebanyak 22,23 gram (rendemen 60 %). Dari uji titik lebur dengan pengulangan sebanyak tiga kali diperoleh rata-rata 90 °C.

Selanjutnya dari hasil pemeriksaan spektroskopi infra merah memberikan puncak-puncak frekuensi vibrasi pada daerah bilangan gelombang 3500-3100  $\text{cm}^{-1}$ ; 3000-2852  $\text{cm}^{-1}$ ; 1465-1400  $\text{cm}^{-1}$ ; 1377,1-1353,9  $\text{cm}^{-1}$  dan 1056,9  $\text{cm}^{-1}$  (*Spektrum 6*).

### **3.2.2. Sintesis Dodekil Klorida**

Klorinasi dodekanol sebanyak 18,6 gram (0,1 mol) dengan  $\text{PCl}_3$  (0,05 mol) menghasilkan dodekil klorida sebanyak 15,23 gram (rendemen 74,5 %). Dari uji titik didih dengan pengulangan sebanyak tiga kali diperoleh rata-rata 124 °C.

Selanjutnya dari hasil pemeriksaan spektroskopi infra merah memberikan puncak-puncak frekuensi vibrasi pada daerah bilangan gelombang 3587,92  $\text{cm}^{-1}$ ; 2852,98-2361,08  $\text{cm}^{-1}$ ; 1466,03-1431,31  $\text{cm}^{-1}$ ; 1350,29-1302,07  $\text{cm}^{-1}$ ; dan 721,44-684,79  $\text{cm}^{-1}$  (*Spektrum 7*).

### **3.2.3. Sintesis Ester Didodekil Azelat**

Reaksi esterifikasi antara dikalium azelat (39,6 g; 0,15 mol) dengan dodekil klorida (40,9 g; 0,2 mol) menggunakan katalis trietilamin hidroklorida (41,1 g; 0,3 mol) menghasilkan ester didodekil azelat sebanyak 41,92 gram (rendemen 80 %). Dari hasil uji titik didih dan titik lebur dengan pengulangan sebanyak tiga kali diperoleh rata-rata masing-masing 235 °C dan 90 °C.

Hasil yang diperoleh kemudian dianalisis dengan kromatografi lapis tipis (KLT) menggunakan developer etanol : benzena = 8 : 2 dengan adsorben silika gel G-60 dan penampak noda uap iodium dan memberikan noda lebih dari satu yang berarti hasil reaksi belum murni.

Selanjutnya sebanyak 2 gram dari hasil reaksi setelah dimurnikan melalui kromatografi kolom dengan eluen etanol : benzena = 8 : 2 dengan adsorben silika gel, ternyata diperoleh sebanyak 1,628 gram ester didodekil azelat (dari fraksi 1 s/d 13 dari total fraksi sebanyak 21 fraksi). Bila seluruh produk hasil reaksi dimurnikan melalui KLT dan kolom, maka diperkirakan jumlah ester didodekil azelat sebanyak:

$$= \frac{41,92 \text{ gram}}{2 \text{ gram}} \times 1,628 \text{ gram} = 34,12 \text{ gram}$$

Produk hasil selanjutnya diperiksa melalui analisis dengan spektroskopi infra merah dan <sup>1</sup>H-NMR.

Selanjutnya dari hasil pemeriksaan dengan spektroskopi infra merah memberikan puncak-puncak frekuensi vibrasi pada daerah bilangan gelombang 3784,68-2893,48 cm<sup>-1</sup>; 2671,65 cm<sup>-1</sup>; 1724,52 cm<sup>-1</sup>; 1464,10-1415,88 cm<sup>-1</sup>; 1375,37 cm<sup>-1</sup>; dan 1035,87-937,49 cm<sup>-1</sup> (*Spektrum 8*).

Hasil pemeriksaan spektroskopi <sup>1</sup>H-NMR memberikan pergeseran kimia pada 1 ppm; 1,5 ppm; 2,2 ppm; 4,1 ppm; 11,3 ppm (*Spektrum 9*).

### 3.3. Data dan Analisis Data serta Pembahasan

#### 3.3.1. Pembuatan Metil Ester Laurat dari Minyak Kepala

Reaksi transesterifikasi antara 50 gram minyak kelapa dan 100 mL metanol dengan 12,8 mL asam sulfat pekat menghasilkan metil ester asam lemak minyak kelapa sebanyak 47,86 gram sedangkan secara teoritis akan dihasilkan sebanyak 0,3 mol x 214 gr/mol = 50,31 gram. Dengan demikian rendemen pembentukan metile ester asam lemak dari minyak kelapa adalah 47,86/50,31 x 100% = 95,13 %

Sedangkan % berat (% w/w) metil ester asam lemak minyak kelapa sebesar :

$$= \frac{\text{berat metil ester asam lemak minyak kelapa}}{\text{berat minyak kelapa}} \times 100\%$$

berat minyak kelapa

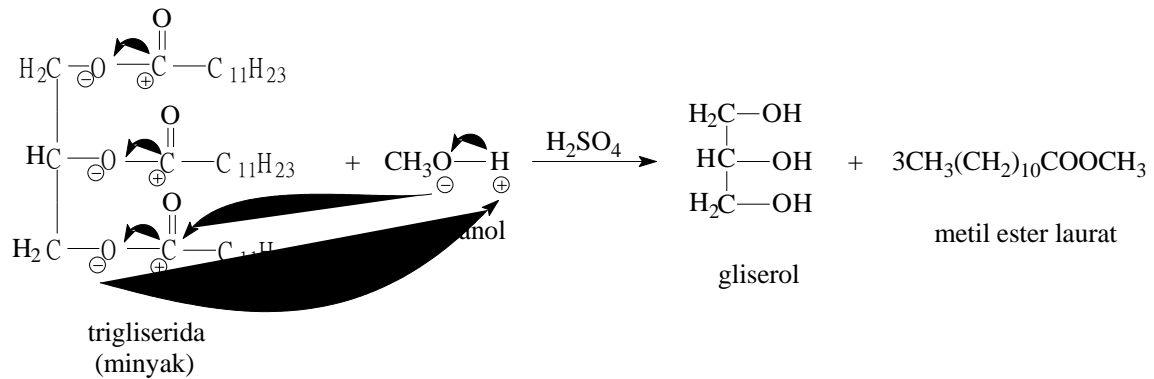
$$= \frac{47,89 \text{ gram}}{50 \text{ gram}} \times 100\%$$

50 gram

$$= 95,72 \%$$

Hasil ini menunjukkan bahwa sebanyak 95,72 % (%w/w) metil ester asam lemak yang terkonver dari trigliseridanya (minyak). Berdasarkan kromatogram, kandungan asam laurat pada minyak kelapa mencapai 50,65 %.

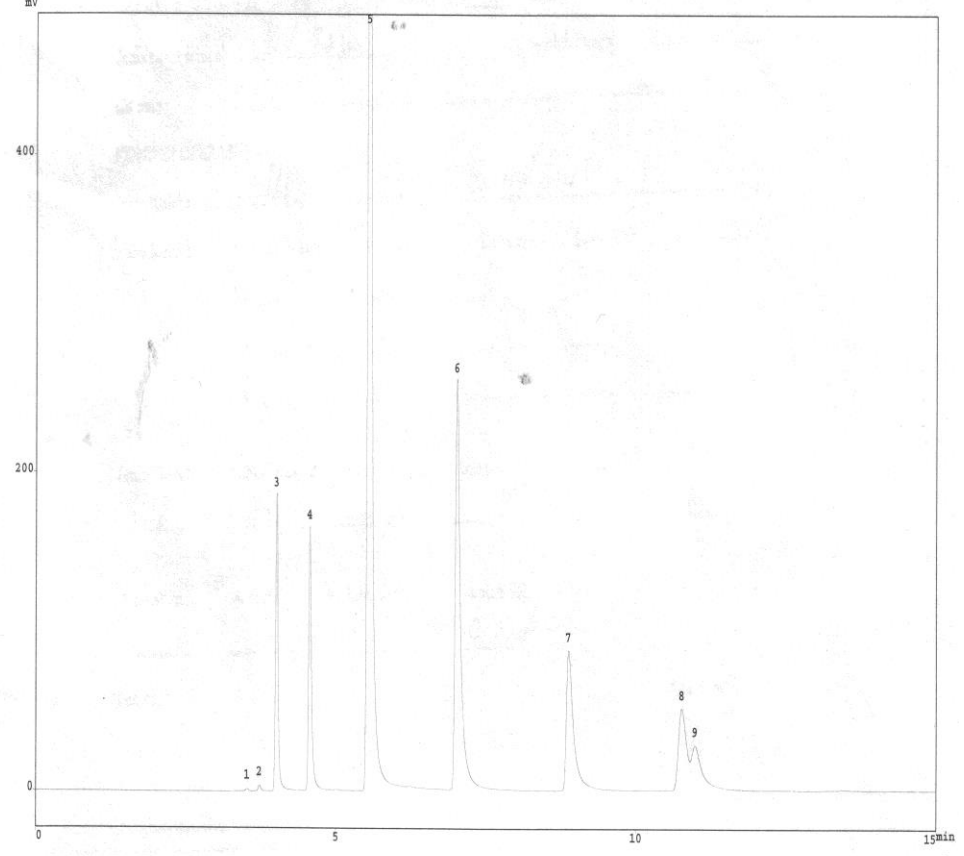
Mekanisme reaksi pembentukan metil ester asam lemak minyak kelapa, seperti di bawah ini, dengan mengangap bahwa asam lemak minyak kelapa adalah asam laurat



Gambar kromatogram metil ester asam lemak minyak kelapa, dapat dilihat pada gambar berikut :

00 SYS=1 Ch=1 REPORT.NO=4 DATA=ARY04.D01 00/00/00 04:21:36  
 : Aryo Adisaputro;Met.Ester Kelapa;200-2-10-280;0,lul;f40;FID;HPS  
 : 01-06-2005  
 : Injection Factor: 1  
 : Type : Unknown  
 : Operator : Maryati

\*\*\* Chromatogram \*\*\*



\*\*\* Peak Report \*\*\*

PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MX	IDNO	CONC	NAME
1	3.527	3940	1301			0.0466	
2	3.735	9216	3369			0.1089	
3	4.015	536835	186552			6.3453	
4	4.565	553014	165116			6.5365	
5	5.542	4285399	1002926			50.6525	
6	7.012	1565598	258188			18.5050	
7	8.879	719452	87716			8.5038	
8	10.759	461077	50833			5.4498	
9	10.977	325859	27678	V		3.8516	
		8460391	1783681			100.0000	

12/31/2005

HENRY F. ARITONANG, S.Si,  
M.Si

47

Kromatogram 1. Kromatogram metil ester asam lemak minyak kelapa



### 3.3.2. Pemisahan Metil Ester Laurat dengan Kromatografi

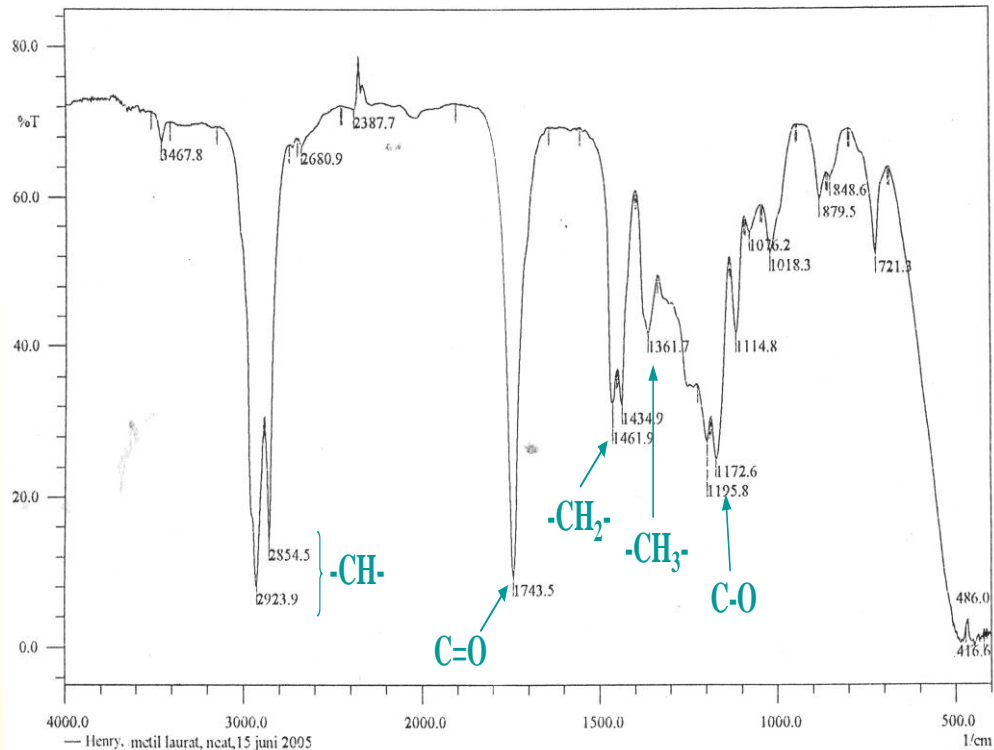
Eluen yang terbaik untuk memisahkan metil ester laurat diperoleh dengan menggunakan n-heksana dan dietil eter dengan perbandingan 8 : 2 (n-heksana : dietil eter) dan diperoleh 5 noda/spot. Dari kelima noda/spot tersebut ada yang memiliki nilai  $R_f$  yang sama dengan nilai  $R_f$  metil laurat murni pada kondisi yang sama. Metil laurat terpisah dari metil ester asam lemak minyak kelapa dengan  $R_f = 0,71$ . Nilai  $R_f$  ini sama dengan nilai  $R_f$  dari metil ester laurat murni.

Dari hasil penelitina menunjukkan bahwa metil ester laurat yang diperoleh sebesar 5,2 gram dari 47,86 gram campuran metil ester asam lemak minyak kelapa. Hal ini menunjukkan bahwa sebagian besar metil ester laurat masih terdapat pada fraksi/lapisan lain yang terdapat pada kolom kromatografi (KK) yang belum terpisah atau terikut dengan ester asam lemak yang lain.

Jadi, bila semua ester minyak kelapa digunakan untuk memisahkan metil ester laurat, maka metil ester laurat yang diperoleh :

$$\begin{aligned} &= \frac{47,86 \text{ gram}}{12 \text{ gram}} \times 5,2 \text{ gram metil ester laurat} \\ &= 20,74 \text{ gram metil ester laurat} \end{aligned}$$

spektrum infra merah metil ester laurat dari minyak kelapa dapat dilihat pada spektrum berikut :



— Henry. metil laurat, neat, 15 juni 2005  
 Peaktable of FRIS.IRS, 19 Peaks  
 Threshold: 80, Noise: 2, No Range Selection

Nr.	Pos. (1/cm)	Inten. (%T)
1	416.6	1.081
2	486.0	0.324
3	721.3	52.228
4	848.6	62.510
5	879.5	59.587
6	1018.3	52.492
7	1076.2	55.136
8	1114.8	41.594
9	1172.6	25.104
10	1195.8	27.274
11	1361.7	41.619
12	1434.9	32.120
13	1461.9	32.428
14	1743.5	9.294
15	2387.7	71.783
16	2680.9	66.900
17	2854.5	14.072
18	2923.9	8.060
19	3467.8	67.413

12/31/2005

HENRY F. ARITONANG, S.Si,  
 M.Si

43

Spektrum 1. Spektrum infra merah metil ester laurat dari minyak kelapa

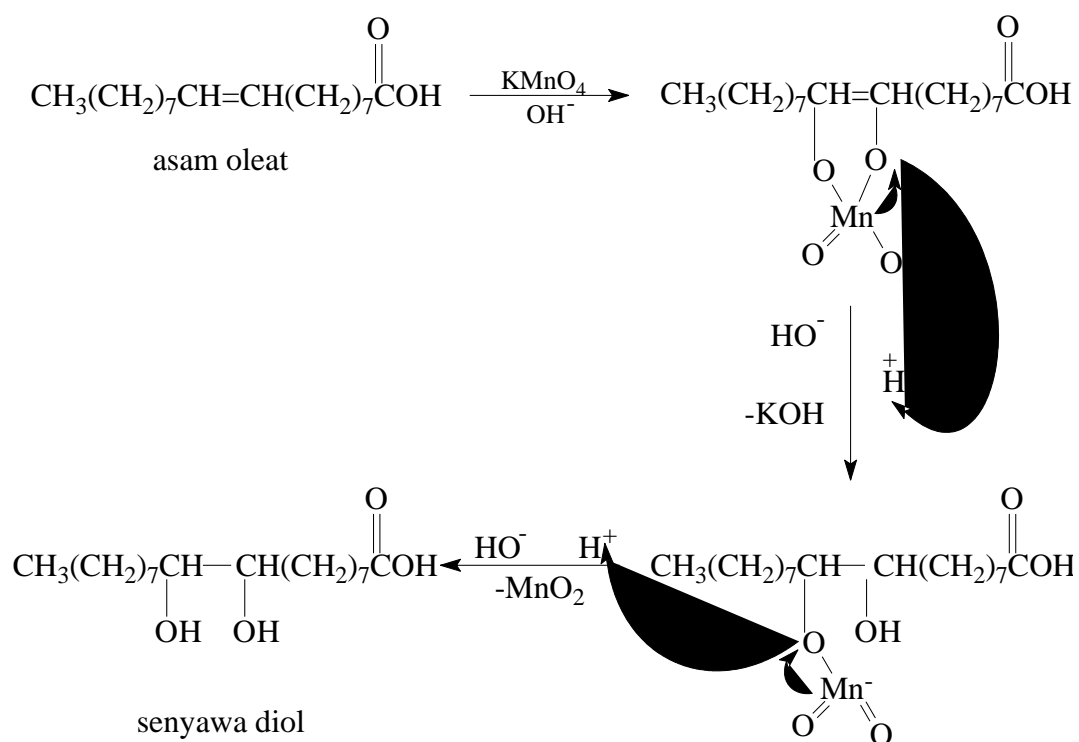
### 3.3.3. Sintesis Asam Azelat dari Asam Oleat (Komersil)

Metoda yang umum digunakan untuk mengubah suatu alkena menjadi diol, salah satunya adalah meliputi pembentukan ester siklik melalui reaksi alkena dengan senyawa yang mengandung logam-logam transisi, seperti ion permanganat.

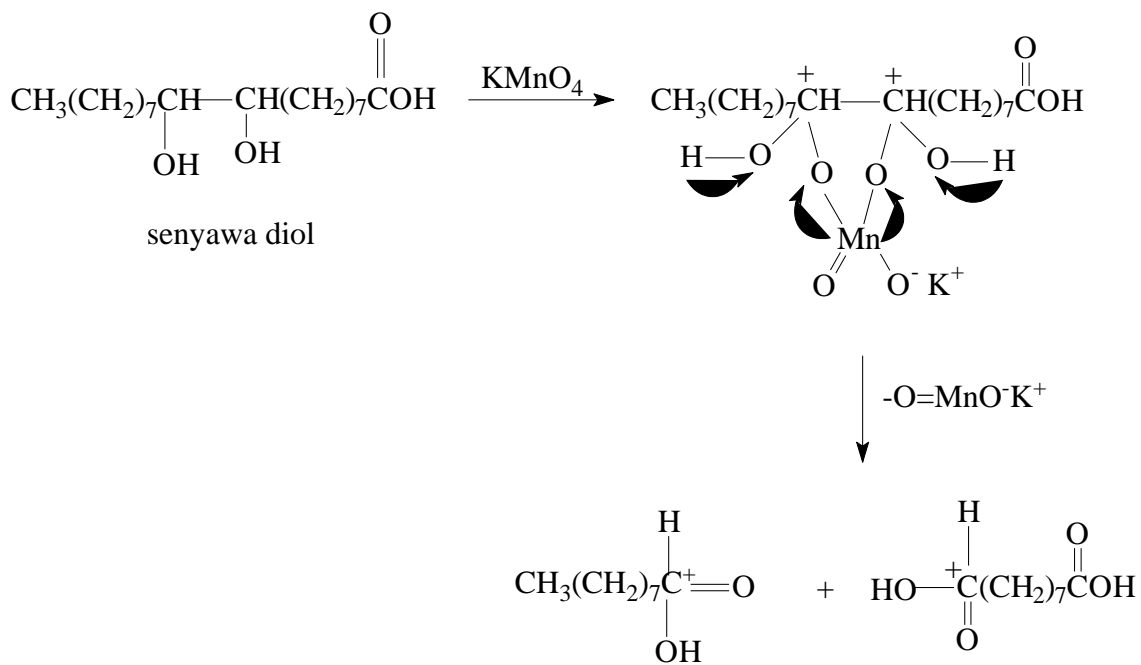
Dalam kondisi basa, kalium permanganat dalam reaksi oksidasi biasanya produknya diyakini melalui pembentukan diol terlebih dahulu (tidak diisolasi) yang kemudian teroksidasi lebih lanjut menghasilkan asam karboksilat (Wingrove dan Caret, 1981; Johnson, 1984).

Adapun perkiraan mekanisme reaksinya sebagai berikut :

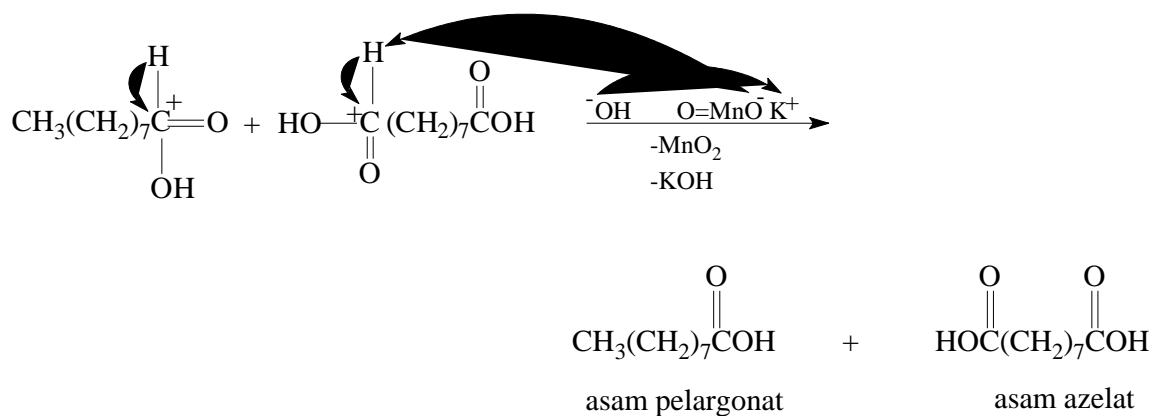
Pertama, oksidasi ikatan rangkap oleh kalium permanganat,



Kemudian senyawa diol yang terbentuk teroksidasi lebih lanjut membentuk suatu karbokation,



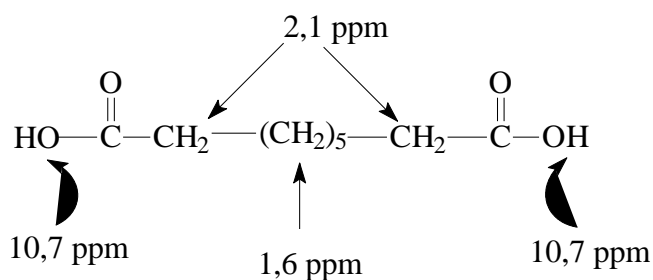
Akhirnya, karbokation yang terbentuk kemudian tersusun ulang membentuk asam azelat, asam pelargonat serta mangan dioksida,



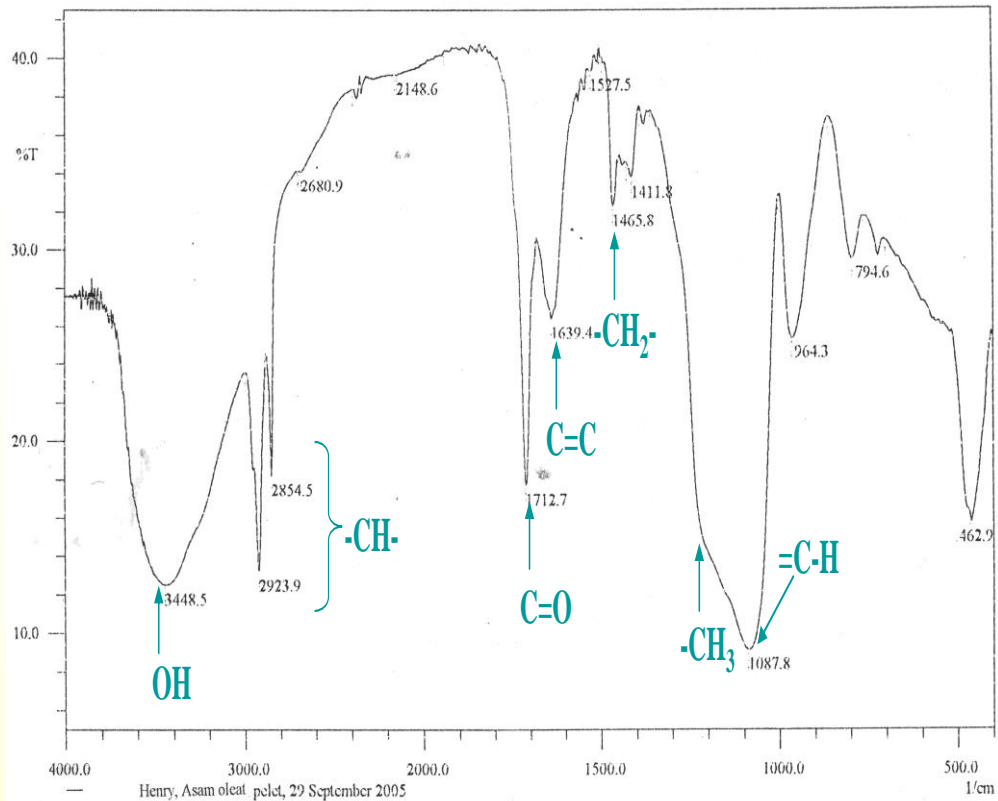
Terjadinya asam azelat didukung oleh data analisa infra merah (*Spektrum 3*) memberikan frekuensi vibrasi  $3400-2400 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur OH yang lebar. Ini diperkuat pada frekuensi  $927,7 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan tekukan OH diluar bidang. Munculnya frekuensi vibrasi  $2933,5 \text{ cm}^{-1}$ ;  $2918,1 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2848,7 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur C-H pada  $\text{CH}_2$  (metilen). Serapan pada frekuensi  $1697,2 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan

serapan khas dari uluran gugus C=O asam karboksilat. Serapan pada frekuensi 1409,9  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur C-H dari  $\text{CH}_2$  (metilen), sedangkan frekuensi vibrasi 1251,7  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan tekukan C-O-H.

Pemeriksaan melalui Spektroskopi Resonansi Magnet Inti (*Spektrum 4*) dari asam azelat memeberikan pergeseran kimia pada daerah 1,6 ppm memperlihatkan proton dari  $\text{CH}_2$  rantai panjang. Kemudian pada 2,1 ppm memperlihatkan proton dari  $\text{O}=\text{C}-\text{CH}_2$  yang bertetangga dengan gugus C=O dan pergeseran kimia pada 10,7 ppm memperlihatkan proton dari OH asam karboksilat.



Gambar spektrum infra merah asam oleat (komersial) dan asam azelat serta spektrum  $^1\text{H-NMR}$  dari asam azelat dapat dilihat pada spektrum berikut ini :



Peaktable of EDI-GG.IRS, 14 Peaks  
 Threshold: 80, Noise: 1, No Range Selection

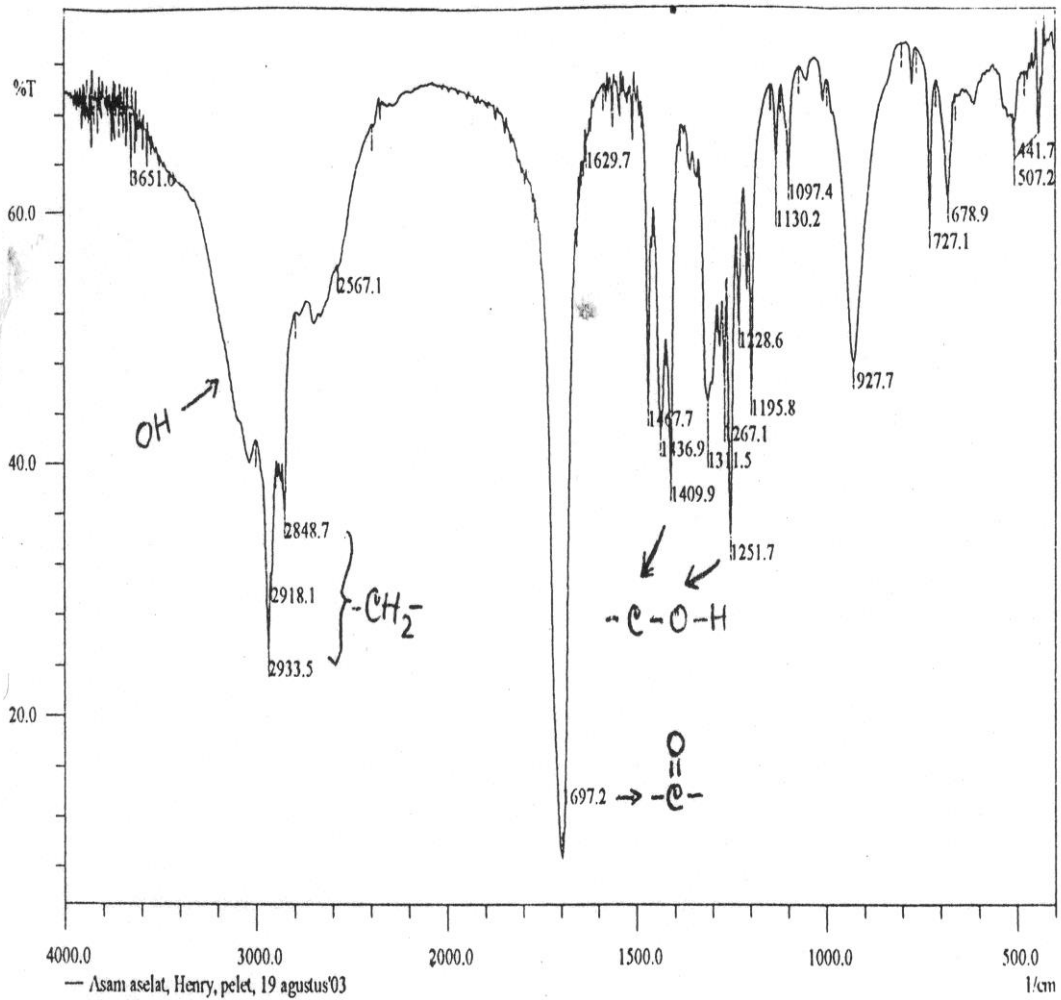
Nr.	Pos. (1/cm)	Inten. (%T)
1	462.9	15.704
2	794.6	29.484
3	964.3	25.309
4	1087.8	9.128
5	1411.8	33.755
6	1465.8	32.244
7	1527.5	39.309
8	1639.4	26.360
9	1712.7	17.689
10	2148.6	39.156
11	2680.9	34.089
12	2854.5	18.216
13	2923.9	13.196
14	3448.5	12.460

12/31/2005

HENRY F. ARITONANG, S.Si,  
 M.Si

41

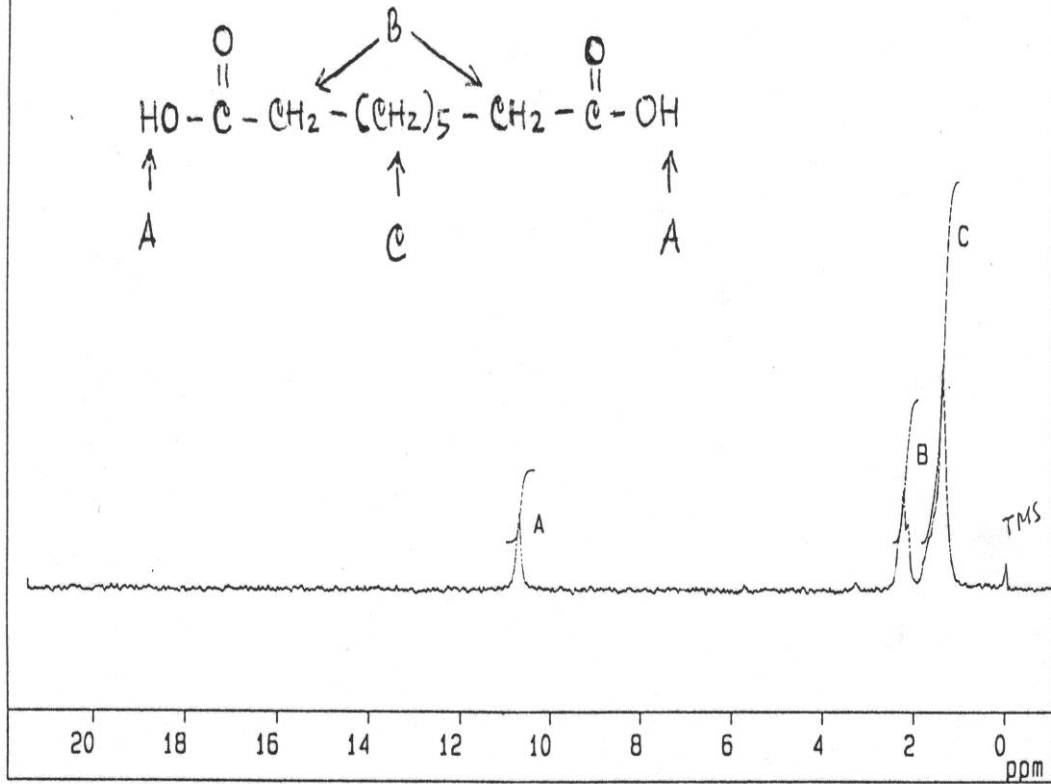
Spektrum 2. Spektrum infra merah asam oleat



Spektrum 3. Spektrum infra merah asam azelat

08-20-2003

A 20.3% 4358.6  
B 39.7% 8527.1  
C 100.0% 21502.6



H1 LEVEL	1.0	FILTER	10	SOLVENT	: Etanol d6
SWEEP WIDTH	1200	SWEEP TIME	100	COMENT	: Asam azelat Henry
OFFSET	0	SCANS	1	DATE	: 20-Aug-03 08: 53

Spektrum 4. Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR asam azelat



### 3.3.4. Sintesis Dikalium Azelat

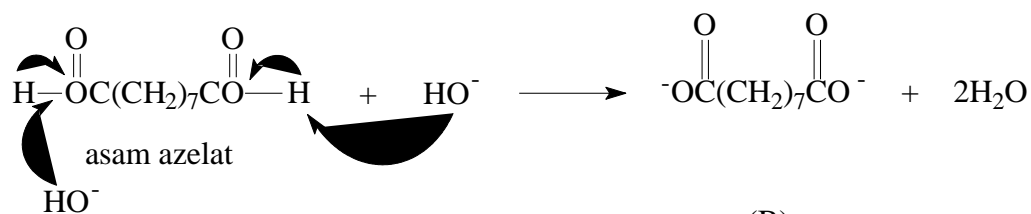
Adapun perkiraan mekanisme reaksinya adalah :

Pertama, KOH terurai menjadi :



(A)

Selanjutnya, nukleofil  $\text{OH}^-$  melakukan pengambilan proton pada gugus karboksilat,



(B)

Kemudian, (A) dan (B) terjadi reaksi :



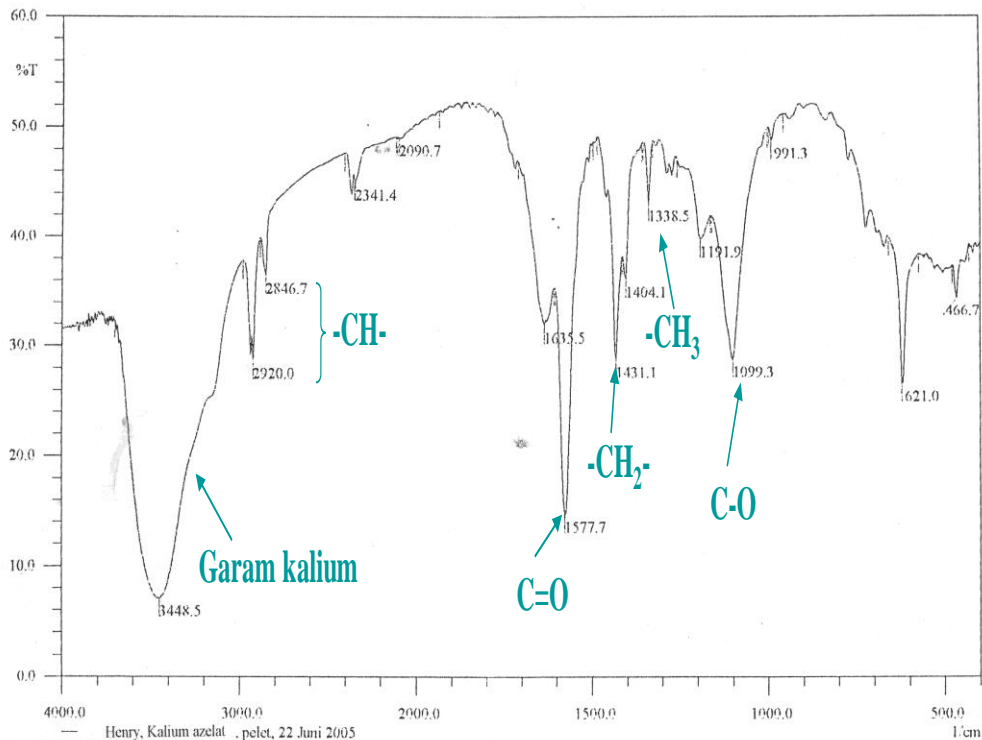
kalium azelat

Pelarut etanol digunakan dalam reaksi ini sebagai penstabil (A) dan (B) sehingga reaksi di atas bergeser ke kanan. Dalam hal ini tidak akan terjadi  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OK}$  karena adanya  $\text{H}_2\text{O}$  yang terbentuk dan juga  $\text{K}^+$  tidak mungkin membentuk  $\text{KOH}$  dengan  $\text{H}_2\text{O}$ . Digunakan etanol dalam reaksi ini untuk meningkatkan suhu sehingga reaksi bergeser ke kanan sesuai dengan asas Le Chatelier.

Terjadinya garam dikalium azelat didukung oleh data analisa spektroskopi infra merah (*Spektrum 5*) memberikan frekuensi vibrasi pada daerah bilangan gelombang  $3400\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur garam kalium asam lemak. Serapan pada frekuensi  $2920\text{-}2846,7\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur C-H pada  $\text{CH}_2$  dan ini diperkuat pada frekuensi  $1431\text{-}1404\text{ cm}^{-1}$ . Serapan pada frekuensi  $1191,9\text{-}1099,3\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi C-O-K.

Gambar spektrum infra merah dikalium azelat dapat dilihat pada spektrum berikut ini :

## A.2. Spektrum FT-IR Dikalium Azelat



Nr.	Pos. (1/cm)	Inten. (%T)
1	466.7	34.336
2	621.0	26.547
3	991.3	48.702
4	1099.3	28.788
5	1191.9	39.692
6	1338.5	43.037
7	1404.1	36.108
8	1431.1	28.764
9	1577.7	14.697
10	1635.5	31.862
11	2090.7	49.013
12	2341.4	44.992
13	2846.7	36.425
14	2920.0	28.664
15	3448.5	7.067

12/31/2005

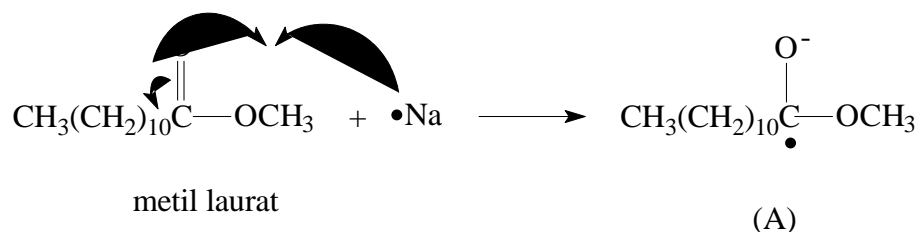
HENRY F. ARITONANG, S.Si,  
M.Si

31

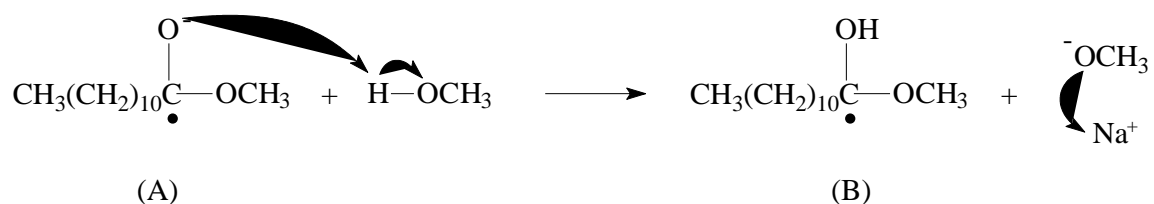
Spektrum 5. Spektrum infra merah dikalium azelat

### 3.3.5. Sintesis Dodekanol

Langkah reaksi reduksi metil laurat dapat digambarkan sebagai berikut, dimana logam Na yang merupakan sumber elektron mentransfer elektronnya kepada oksigen dari gugus karbonil yang akibatnya satu elektron dari ikatan  $\pi$  gugus karbonil bergeser ke oksigen dan satunya lagi ke atom karbon, sehingga diduga terjadi hal berikut,

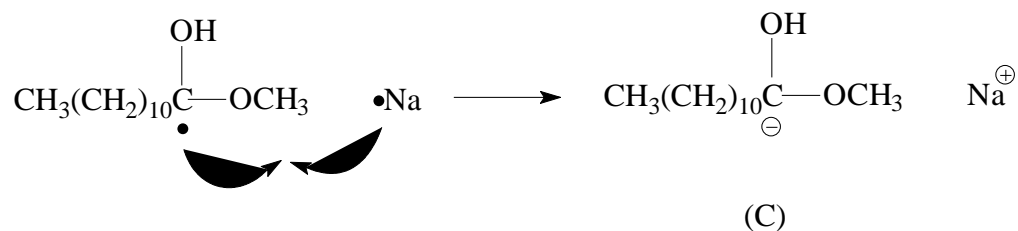


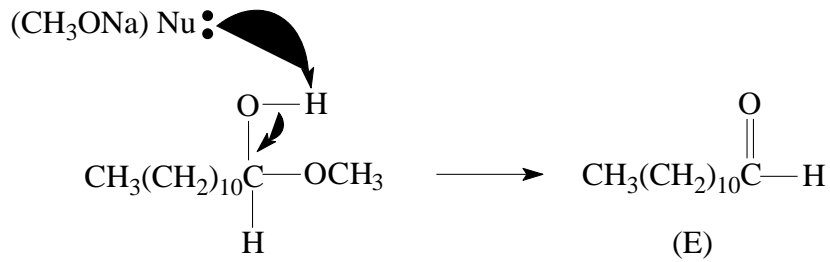
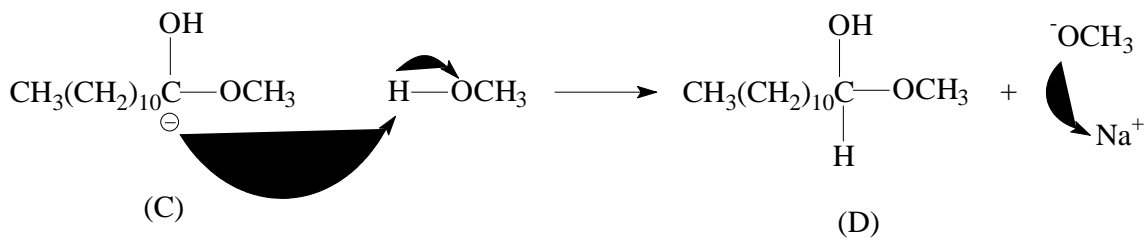
Selanjutnya terjadi pengambilan proton dari metanol oleh spesies (A) dan nukleofilik  $\text{CH}_3\text{O}^-$  melakukan reaksi dengan  $\text{Na}^+$  sehingga terbentuk natrium metoksi :



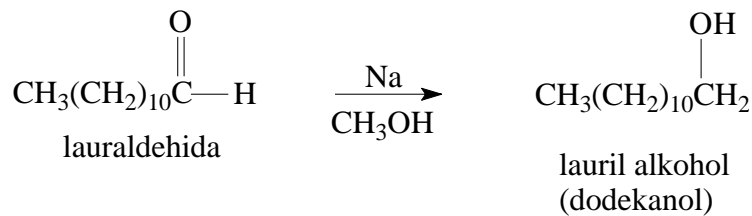
Adanya radikal pada spesies (B) merangsang pelepasan elektron dari logam Na kembali, sehingga terbentuk karbonion (C) yang akhirnya kembali mengambil proton dari metanol sehingga terbentuk  $\alpha$ -hidroksi metil ester (D). sedangkan  $\text{OCH}_3^-$  kembali bereaksi dengan  $\text{Na}^+$  membentuk  $\text{CH}_3\text{O}^-$  yang merupakan nukleofilik yang relatif kuat.

Akibat adanya nukleofil yang kuat ini terjadi reaksi pembentukan aldehida (E) yang dapat digambarkan sebagai berikut :





Aldehida ini selanjutnya kembali seperti di atas tadi untuk membentuk alkohol :



Dalam hal ini sebanyak 0,2 mol metil laurat yang digunakan direduksi menjadi dodekanol sebanyak 22,32 gram, sedangkan secara teoritis diperoleh sebanyak 0,2 mol x 186 gram/mol = 37,2 gram, yang berarti rendemen reaksi adalah

$$= \frac{22,32 \text{ gram}}{37,20 \text{ gram}} \times 100\% = 60\%$$

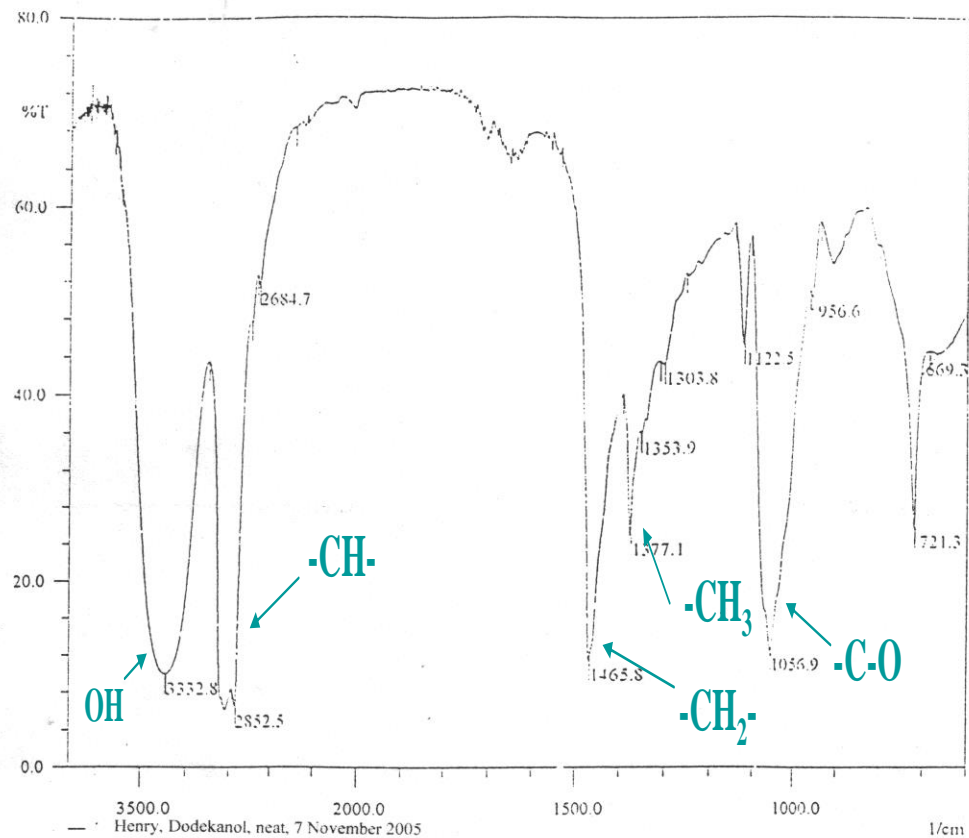
Dari hasil uji titik lebur dengan tiga kali pengulangan diperoleh rata-rata 90°C, seperti terlihat di bawah ini :

Ulangan	Titik Lebur (°C)	Rata-rata (°C)
1	89	90
2	91	
3	90	

Terbentuknya alkohol asam lemak (dodekanol) ini dibuktikan melalui analisa spektroskopi infra merah (*Spektrum 6*) dengan hilangnya 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 3000-2852  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi C-H dari  $\text{CH}_2$  maupun  $\text{CH}_3$  dan ini diperkuat pada frekuensi 1440-1400  $\text{cm}^{-1}$  untuk  $\text{CH}_2$  (metilen) dan frekuensi 1377,1-1353,9  $\text{cm}^{-1}$  untuk  $\text{CH}_3$ . serapan pada frekuensi 1056,9  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi dari C-O-H.

Gambar spektrum infra merah senyawa dodekanol dapat dilihat pada spektrum berikut ini :

### A.3. Spektrum FT-IR Dodekanol



No	Pos. (1/cm)	Inten. (%T)
1	669.3	44.046
2	721.3	25.753
3	956.6	50.298
4	1056.9	12.577
5	1122.5	45.362
6	1303.8	43.356
7	1353.9	35.930
8	1377.1	24.983
9	1465.8	11.340
10	2684.7	51.617
11	2852.5	6.440
12	3332.8	9.907

12/31/2005

HENRY F. ARITONANG, S.Si,  
M.Si

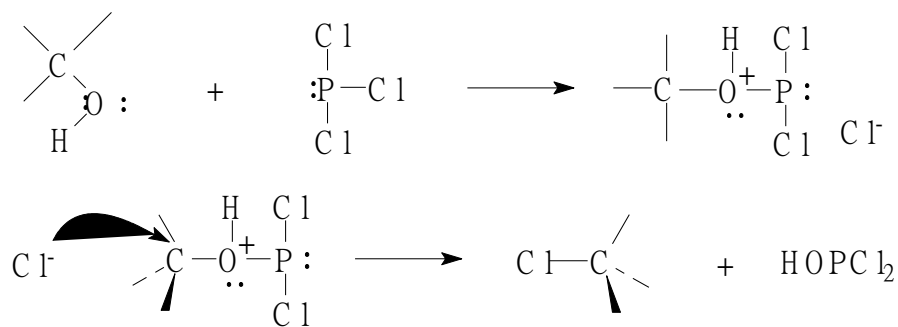
32

Spektrum 6. Spektrum infra merah dodekanol

### 3.3.6. Sintesis Dodekil Klorida

Reaksi klorinasi disini 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.

Adapun mekanisme reaksi umumnya berlangsung sebagai berikut :



Dalam hal ini sebanyak 0,1 mol dodekanol diklorinasi dengan  $PCl_3$  menghasilkan dodekil klorida sebanyak 15,23 gram, sedangkan secara teoritis diperoleh sebanyak 20,45 gram, yang berarti rendemen reaksi adalah :

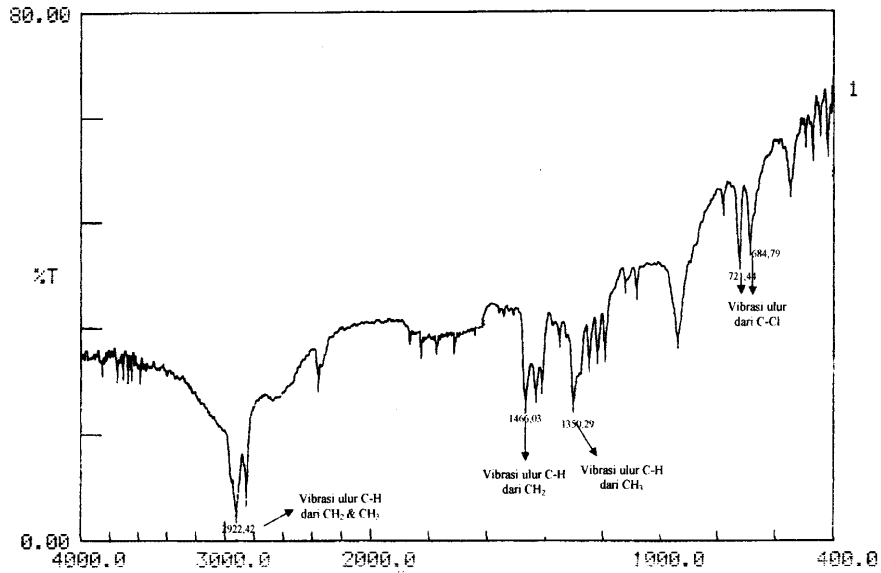
$$= \frac{15,23 \text{ gram}}{20,45 \text{ gram}} \times 100\% = 74,5\%$$

dari hasil uji titik didih dengan tiga kali pengulangan diperoleh rata-rata 121 °C, seperti terlihat di bawah ini :

Ulangan	Titik didih (°C)	Rata-rata (°C)
1	121	121
2	120	
3	122	

Terbentuknya dodekil klorida ini dibuktikan melalui analisa spektroskopi infra merah (*Spektrum 7*) dengan frekuensi vibrasi pada daerah panjang gelombang  $3587,92 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2852,98-2361,08 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi C-H dari  $CH_2$  maupun  $CH_3$  dan ini diperkuat dengan frekuensi  $1466,03-1431,31 \text{ cm}^{-1}$  untuk  $CH_2$  (metilen) dan frekuensi  $1350,29-1302,07 \text{ cm}^{-1}$  untuk  $CH_3$ . serapan pada daerah frekuensi  $721,44-684,79 \text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi dari C-Cl.





Henry, Dodekil klorida, 21 Juni 2006

Peaktable of DEFAULT. IRS, 26 Peaks

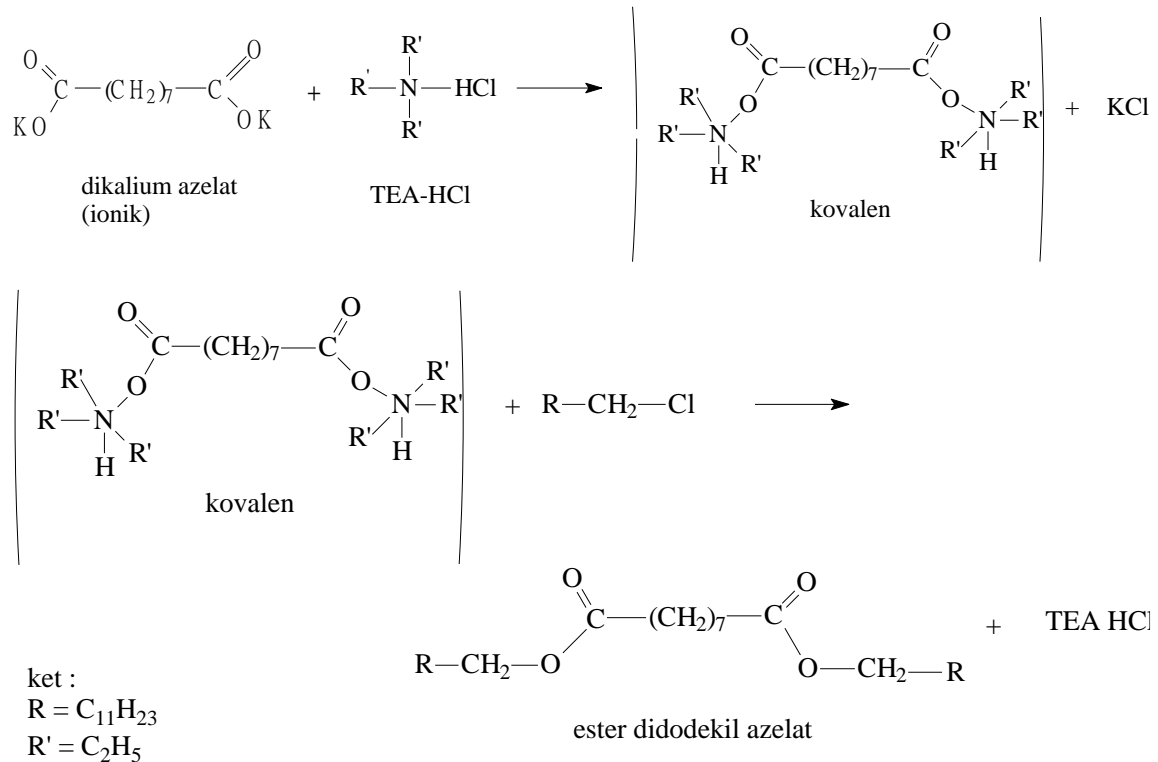
1: 3854.12 (26.5)	2: 3749.96 (25.7)	3: 3709.45 (26.1)	4: 3672.80 (25.5)
5: 3649.65 (25.8)	6: 3587.92 (25.6)	7: 2922.42 (4.5)	8: 2582.98 (7.1)
9: 2361.08 (24.3)	10: 1466.03 (21.2)	11: 1431.31 (22.6)	12: 1412.02 (24.0)
13: 1350.29 (31.0)	14: 1302.07 (21.1)	15: 1248.06 (27.1)	16: 1219.12 (28.4)
17: 1192.12 (28.7)	18: 1122.67 (39.1)	19: 1084.09 (38.2)	20: 937.49 (30.8)
21: 779.31 (50.8)	22: 721.44 (42.4)	23: 684.79 (44.8)	24: 547.83 (53.7)
25: 495.75 (61.1)	26: 470.67 (59.23)	27: 445.60 (62.8)	28: 418.59 (59.7)

Spektrum 7. Spektrum infra merah dodekil klorida.

### 3.3.7. Sintesis Ester Didodekil Azelat

Reaksi esterifikasi antara garam dikalium azelat dengan alkil klorida hidrokarbon berantai panjang berjalan dengan bantuan katalis kation kuartener, yaitu trietilamin hidroklorida.

Secara hipotesa mekanisme reaksi esterifikasi tersebut diberikan sebagai berikut :



Dalam hal ini, pembentukan produk campuran ester didodekil azelat diperoleh sebanyak 41,92 gram, kemudian sebanyak 2 gram dari hasil tersebut dimurnikan dengan kolom kromatografi dengan eluen etanol : benzena = 8 : 2 dengan adsorben silika gel, diperoleh ester didodekil azelat sebanyak 1,628 gram. Oleh karena itu, bila semua produk tersebut dimurnikan dengan kolom, maka perolehan ester sebanyak :

$$= \frac{41,92 \text{ gram}}{2 \text{ gram}} \times 1,628 \text{ gram} = 34,12 \text{ gram ester didodekil azelat}$$

Secara teoritis, ester didodekil azelat adalah 52,4 gram, sehingga rendemen produk :

$$= \frac{34,12 \text{ gram}}{52,4 \text{ gram}} \times 100\% = 65,11\% \text{ ester didodekil azelat}$$

Dari hasil uji titik didih dengan tiga kali pengulangan diperoleh data seperti terlihat di bawah ini :

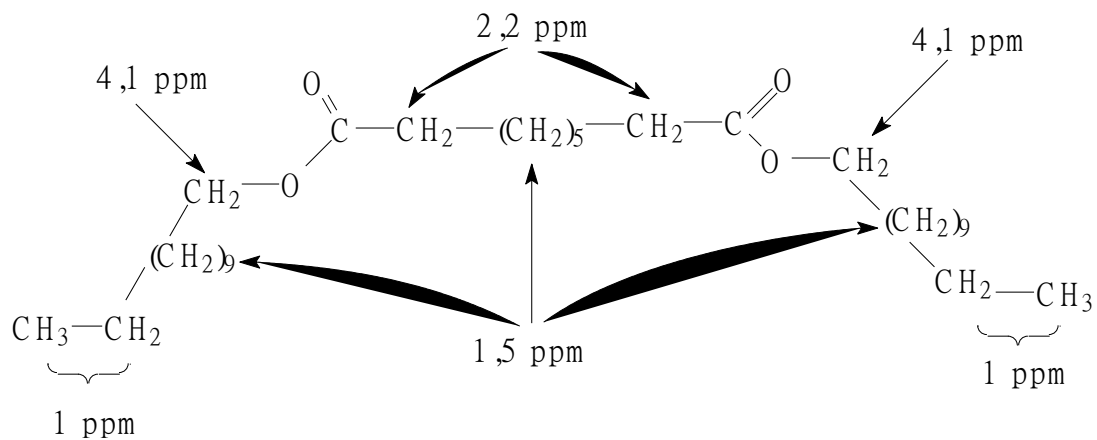
Ulangan	Titik didih (°C)	Rata-rata (°C)
1	293	293
2	294	
3	292	

Dari hasil uji titik lebur dengan tiga kali pengulangan diperoleh data seperti terlihat di bawah ini :

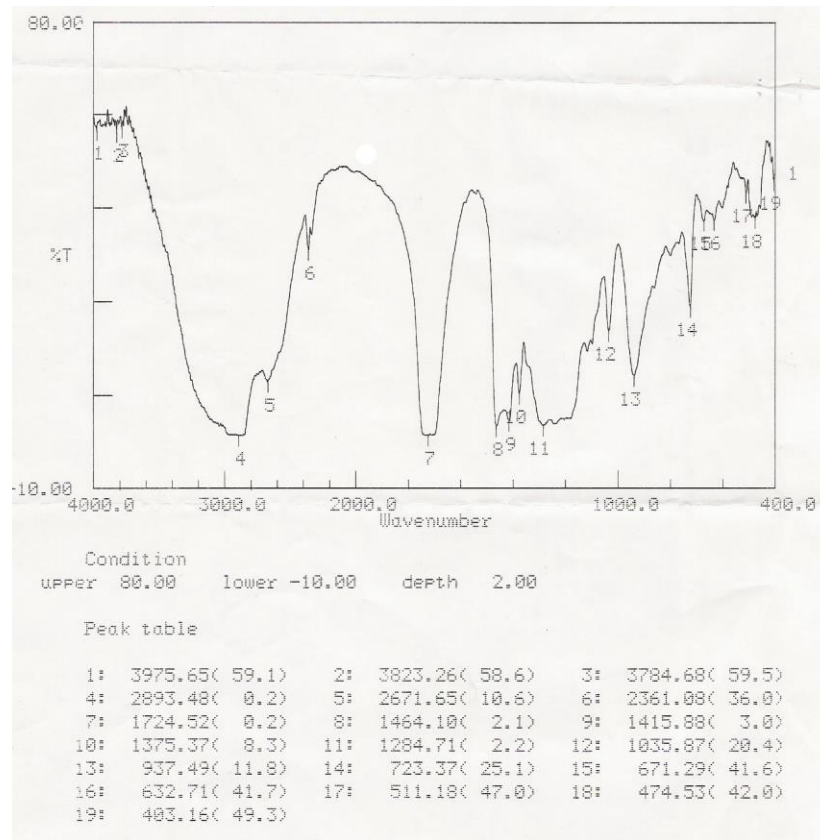
Ulangan	Titik lebur (°C)	Rata-rata (°C)
1	90	90
2	91	
3	89	

Terjadinya ester didodekil azelat didukung oleh data analisis infra merah memberikan frekuensi vibrasi  $3784,68-2893,48\text{ cm}^{-1}$  dan  $2671,65\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi C-H dari  $\text{CH}_2$  maupun  $\text{CH}_3$  dan ini diperkuat dengan frekuensi  $1464,10-1415,88\text{ cm}^{-1}$  untuk  $\text{CH}_2$  (metilen) dan frekuensi  $1375,37\text{ cm}^{-1}$  untuk  $\text{CH}_3$ . serapan pada frekuensi  $1724,52\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan serapan dari gugus C=O ester dan ini diperkuat dengan munculnya serapan pada daerah  $1035,87-937,49\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi C-O-C ester (*Spektrum 8*).

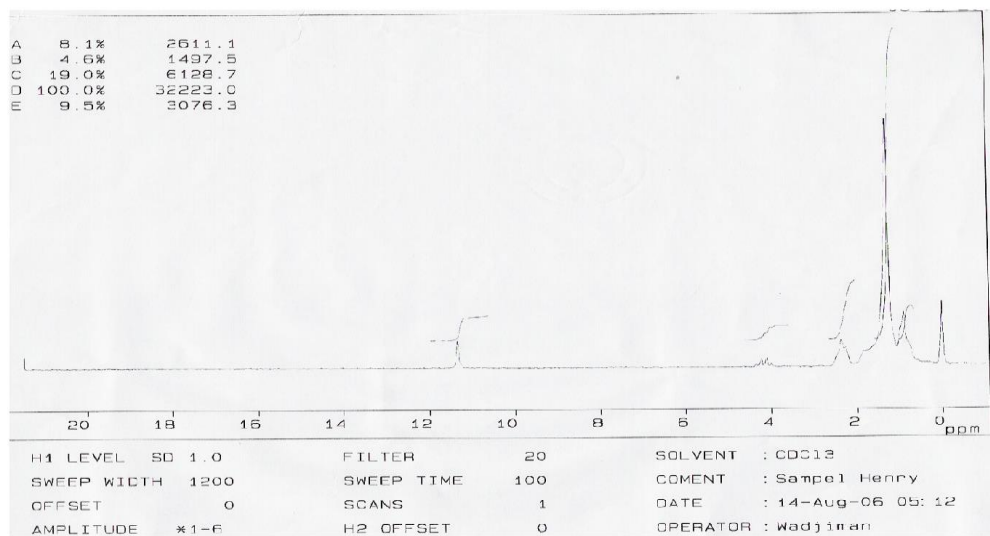
Pemeriksaan melalui spektroskopi magnet inti dari ester didodekil azelat memberikan pergeseran kimia pada daerah sekitar 1 ppm memperlihatkan proton dari  $\text{CH}_3\text{-CH}_2$  yang bertetangga dengan dua proton dari  $\text{CH}_2$  rantai panjang. Kemudian pada daerah sekitar 1,5 ppm memperlihatkan proton dari  $\text{CH}_2$  rantai panjang. Pergeseran kimia pada daerah sekitar 2,2 ppm memperlihatkan proton dari  $\text{CH}_2$  yang bertetangga dengan gugus C=O dan pergeseran kimia pada daerah 4,1 ppm memperlihatkan proton  $\text{CH}_2$  dari  $\text{CH}_2\text{-O}$  (*Spektrum 9*).



Disamping itu, dari spektrum  $^1\text{H-NMR}$  juga terlihat pergeseran disekitar 11,3 ppm, ini menunjukkan bahwa produk ester didodekil azelat masih bercampur dengan produk lain sehingga peneliti belum melanjutkan sampai analisis GC-MS.



Spektrum 8. Spektrum infra merah didodekil azelat



Spektrum 9. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR didodekil azelat

## **PAKET PROSES SINTESIS ESTER DIDODEKIL AZELAT YANG OPTIMUM**

Paket proses sintesis ester didodekil azelat yang optimum yang diperoleh melalui penelitian ini diperoleh melalui tahap-tahap sebagai berikut :

### **1. Pembuatan Metil Ester Laurat Dari Minyak kelapa**

Sebanyak 50 gram minyak kelapa diperoleh metil ester minyak kelapa sebanyak 47,86 gram (rendemen 95,13 %). Dari produk ester ini selanjutnya diisolasi untuk memperoleh metil ester asam laurat. Sebanyak 47,86 gram metil ester minyak kelapa campuran tersebut diperoleh metil ester laurat sebanyak 20,74 gram. Dalam sintesis ini, pembuatan metil ester laurat dilakukan sebanyak tiga kali untuk memperoleh metil ester laurat yang lebih banyak, yang diperlukan dalam mensintesis dodekanol (dodekil klorida), sehingga total metil ester laurat yang diperoleh sebanyak 62,99 gram (dari 20,74 g + 21,17 g + 21,08 g).

### **2. Sintesis Asam Azelat Dari Asam Oleat (Komersil)**

Sebanyak 28,2 gram (0,1 mol) asam aleat dioksidasi dengan oksidator  $\text{KMnO}_4$  (75 gram) menghasilkan asam azelat sebanyak 16,38 gram (rendemen 87,13 %) dengan titik lebur 106 °C. Dalam sintesis ini, pembuatan asam azelat dilakukan tiga kali untuk memperoleh asam azelat yang lebih banyak, yang diperlukan dalam mensintesis garam dikalium azelat, sehingga total asam azelat yang diperoleh 48,9 gram (dari 16,38 g + 16,40 g + 16,12 g).

### **3. Sintesis Dikalium Azelat**

Sebanyak 18,8 gram (0,1 mol) asam azelat digaramkan dengan KOH berlebih 12,32 gram (0,22 mol) menghasilkan garam dikalium azelat sebanyak 22,94 gram (rendemen 86,89 %). Dalam sintesis ini, pembuatan dikalium azelat dilakukan sebanyak dua kali, sehingga total asam azelat yang diperoleh sebanyak 46,1 gram (dari 22,94 g + 23,16 g).

#### **4. Sintesis Dodekanol (Dodekil Alkohol)**

Sebanyak 42,8 gram (0,2 mol) metil laurat yang direduksi dengan logam natrium (27,6 g; 1,2 mol) dalam toluena 70 mL menghasilkan dodekanol sebanyak 22,23 gram (rendemen 60 %) dengan titik lebur rata-rata 90 °C.

#### **5. Sintesis Dodekil Klorida**

Dodekanol sebanyak 18,6 gram (0,1 mol) diklorinasi dengan  $\text{PCl}_3$  (0,05 mol) menghasilkan dodekilklorida sebanyak 15,23 gram (rendemen 74,5 %) dengan titik didih rata-rata 124 °C. Dalam hal ini, sintesis dodekil klorida dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali, sehingga total diperoleh sebanyak 46,72 gram (dari 15,23 g + 16,08 g + 15,41 g) dengan titik didih rata-rata 124 °C.

#### **6. Sintesis Ester Didodekil Azelat**

Sebanyak 39,6 (0,15 mol) dikalium azelat siesterifikasikan dengan dodekil klorida sebanyak 40,9 gram (0,2 mol) dengan katalis TEA-HCl sebanyak 41,1 gram (0,3 mol) menghasilkan ester didodekil azelat sebanyak 41,1 gram (0,3 mol) menghasilkan ester didodekil azelat sebanyak 41,92 gram (rendemen 80 %) dengan titik didih dan titik lebur masing-masing 235 °C dan 90 °C.



## PROTOTYPE PRODUK ESTER DIDODEKIL AZELAT SKALA LABORATORIUM

Produk ester didodekil azelat skala laboratorium, dapat dilihat pada gambar dibawah ini:



Dari gambar terlihat bahwa ester didodekil azelat berwarna kuning kecoklatan dengan titik didih  $235^{\circ}\text{C}$  dan titik lebur  $90^{\circ}\text{C}$ .

Gambar memperlihatkan bahwa ester didodekil azelat siap akan dianalisis.

## KAJIAN AWAL TEKNOEKONOMI

Dalam penelitian ini, akan dicoba dianalisis proses sintesis ester didodekil azelat ini secara teknis dan ekonomi dari seluruh tahapan reaksi. Secara teknis, penelitian ini perlu dilakukan secara cermat dan teliti, agar diperoleh hasil yang memuaskan. Disamping itu, produk reaksi dalam setiap tahap reaksi perlu disimpan dengan baik agar tidak terkontaminasi dengan bahan kimia lain karena produk dari sintesis pertama akan digunakan untuk sintesis berikutnya.

Untuk membahas kajian teknoekonomi dalam sintesis ester didodekil azelat ini, perlu dibahas dari awal reaksi sampai terbentuk produk akhir, baik dari bahan awal (bahan mentah) yaitu minyak kelapa dan asam oleat komersil, maupun bahan kimia yang digunakan dalam setiap proses sintesis sampai analisis setiap tahapan hasil sintesis.

Secara umum, dari segi teknisnya, sintesis ester didodekil azelat ini melalui 7 tahapan umum reaksi, yaitu:

1. Pembuatan Metil Ester dari Minyak Kelapa
2. Pemisahan Metil Ester Laurat dengan Kromatografi
3. Sintesis Asam Azelat dari Asam Oleat
4. Sintesis Dikalium Azelat
5. Sintesis Dodekanol
6. Sintesis Dodekil Klorida
7. Sintesis Ester Didodekil Azelat

Dari tahapan-tahapan reaksi ini, dilakukan pengulangan sintesis untuk memperbanyak produk, dimana produk yang satu digunakan secara langsung untuk mensintesis senyawa/produk berikutnya.

Dari segi sifat fisika yang diperoleh (titik didih 235 °C dan titik lebur 90 °C) menunjukkan bahwa ester didodekil azelat ini dapat digunakan sebagai bahan dasar pelumas karena memiliki titik didih yang tinggi, namun demikian pemakaian ester ini kurang baik bila digunakan di tempat/daerah dingin mengingat ester didodekil azelat ini memiliki titik lebur yang relatif tinggi. Artinya senyawa ester ini membutuhkan panas

yang relatif tinggi agar senyawa ester ini melebur. Oleh karena itu, senyawa ester ini lebih baik digunakan di daerah tropis.

Bila dianalisis dari segi ekonomi, sintesis senyawa ester didodekil azelat dengan skala laboratourium ini cukup mahal, karena membutuhkan senyawa kimia yang cukup banyak, relatif mahal dan membutuhkan waktu relatif lama untuk menghasilkan produk akhir. Bila dibandingkan pelumas yang beredar dipasaran, memiliki harga yang terus berfluktuasi sesuai dengan perkembangan penguatan/penurunan rupiah. Secara umum harga pelumas untuk mesin rata-rata tiap 1 L sekitar Rp. 20.000,- sampai Rp. 25.000,-. Itupun pelumas yang dijual di pasaran sudah mengandung bahan-bahan aditif untuk pengawetan mesin, sedangkan dalam sintesis ini hanya merupakan bahan dasar untuk pelumas tanpa ada bahan aditifnya.

Namun demikian, penelitian ini perlu dilakukan untuk lebih lanjut untuk meneliti setiap kekurangan dari sintesis ini. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk memikirkan jalur sintesis yang lebih singkat, menggunakan bahan kimia yang komersial (karena lebih efisien) dibanding bila menggunakan bahan dasar dari alam karena memakan waktu lama dan kurang ekonomis.

## **BAB 4**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **4.1. KESIMPULAN**

Dari hasil penelitian ini, dapat diberikan beberapa kesimpulan, yaitu:

##### **Tahun 2005 :**

1. Metil ester asam lemak minyak kelapa dapat diperoleh 47,86 gram (95,13 %) dan metil ester laurat sebesar 20,74 gram (43,33 %).
2. Asam azelat dapat disintesis dari oksidasi asam oleat menghasilkan 16,38 gram (87,13 %).
3. Dikalium azelat dapat disintesis dari asam azelat dengan menggunakan basa kalium hidroksida sebanyak 22,94 gram (86,89 %).
4. Dodekanol dapat disintesis dari metil laurat melalui reaksi reduksi dengan reduktor logam natrium dengan perolehan sebesar 22,23 gram (60 %) dengan titik lebur rata-rata 90 °C.

##### **Tahun 2006 :**

1. Dodekil klorida dapat disintesis dari dodekanol menggunakan  $\text{PCl}_3$  dihasilkan sebanyak 15,23 gram (74,5 %) dengan titik didih rata-rata 124 °C.
2. Ester didodekil azelat dapat disintesis melalui reaksi esterifikasi dikalium azelat dengan dodekil klorida menggunakan katalis trietilamin hidroklorida (TEA-HCl) menghasilkan produk sebesar 34,12 gram (65,11 %).
3. dari segi teknoekonomi, sintesis ester didodekil azelat ini relatif mahal menurut skala laboratorium bila dibandingkan dengan harga pelumas di pasaran.

#### **4.2. SARAN**

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mencari kondisi yang lebih baik, agar dihasilkan produk ester didodekil azelat yang lebih murni sehingga analisis dengan FT-IR,  $^1\text{H-NMR}$  dapat diulangi dan analisis GC-MS dapat dilakukan, sehingga dari penelitian ini dapat dihasilkan bahan dasar pelumas yang lebih murni.

## **BAB 5**

### **RENCANA SELANJUTNYA**

Penelitian ini telah menghasilkan tahapan penting dalam menghasilkan suatu pemikiran tentang bagaimana mensintesis suatu bahan dasar pelumas. Penelitian bahan dasar pelumas ini dilakukan dengan maksud untuk mencari suatu alternatif bahan dasar pelumas sintetik dengan jalur reaksi yang lain dengan harapan jalur reaksi tersebut lebih singkat dan efisien.

Penelitian sintesis ester didodekil azelat ini telah menghasilkan sampai penentuan struktur molekul dengan spektrofotometer infra merah dan  $^1\text{H-NMR}$ ., begitu juga dengan sifat fisiknya yaitu titik didih ( $293\text{ }^\circ\text{C}$ ) dan titik lebur ( $90\text{ }^\circ\text{C}$ ). Namun demikian dari hasil penelitian membuktikan bahwa produk ester didodekil azelat ini masih belum murni dan ini terlihat dari spektrum  $^1\text{H-NMR}$  dan infra merah dimana puncak serapan untuk karbonil ( $\text{C=O}$ ) yang tidak tajam, sehingga diduga bahwa produk ester didodekil azelat ini masih bercampur dengan senyawa lain.

Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian lanjut untuk mendapatkan hasil ester didodekil azelat yang murni, kemudian dapat dianalisis sifat-sifat fisiknya yang mendukung ke arah fungsinya sebagai pelumas. Selanjutnya, dapat diuji coba ke mesin untuk melihat pengaruh/kerja pelumas ester didodekil azelat tersebut ke mesin. Dengan demikian, data lengkap tentang ester didodekil azelat dapat diperoleh dan diketahui.

## **BAB 6**

### **REKOMENDASI**

Penelitian sintesis ester didodekil azelat sebagai bahan dasar pelumas telah dilakukan, meskipun belum semua data tentang ester didodekil azelat tersedia sehingga masih perlu untuk dilanjutkan. Namun demikian, penelitian ini sangat bermanfaat untuk pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologidalam memproduksi pelumas sintetik.

Penelitian ini juga memberikan suatu jalur alternatif sintesis dalam menghasilkan bahan dasar pelumas terutama dalam menjawab tantangan semakin berkurangnya cadangan minyak dunia sehingga berakibat terus meningkatnya harga pelumas di pasaran. Oleh karena itu, perlu difikirkan sumber-sumber baru dalam pembuatan bahan dasar pelumas yang efisien dan ekonomis. Dengan demikian, penelitian ini direkomendasikan untuk swasta, perguruan tinggi, Kementrian RISTEK (Pemerintah), Pemerintah Provinsi Sulawesi Utara dan sebagainya.

**BAB 7**  
**DAFTAR PUSTAKA**

1. Anonim, 2005a. **Info Tentang Pelumas**. <http://www.adnoc-lubricants.8k.com/>. [28-12-2005].
2. Anonim, 2005b. **Tips dan Trick**. <http://www.thunder125.org/tips-&-trick.html>. [28-12-2005].
3. 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.
4. Aritonang H. F. Dan M. Surbakti. 2004. **Pemisahan Asam Laurat dari Minyak Kelapa (Coconut Oil) Dengan Metode Kristalisasi Menggunakan Pelarut Aseton**. *Eugenia*. Vol 10 No. 2. Manado.
5. Aritonang H. F, D. R. Gusti dan H. Sembiring. 2005. **Sintesis Ester Didodekil (C<sub>12</sub>) Azelat Sebagai Bahan Dasar Pelumas yang Diturunkan dari Asam Lemak Minyak Kelapa**. *Laporan Akhir Riset Dasar MIPA-Ristek*, Manado.
6. BAPELITBANG. 2002. **Peraturan Daerah No. 3 Tahun 2001 Tentang PROGRAM PEMBANGUNAN DAERAH (PROPEDA) Provinsi Sulawesi Utara 2001-2005**. Manado.
7. Brahmana, H. R. 1993. **Reaksi Esterifikasi Garam Asam Lemak dengan Alkil Klorida Berantai Panjang yang Digunakan Trididodekilamin Hidroklorida Sebagai Katalis Perpindahan Dua Fasa**. *Komunikasi Penelitian*. Lembaga Penelitian USU. Vol. 5 (2). Medan.
8. Firdaus, I.U. 2003. **Analisa Investasi Jarak**. PT. Klaras Pusaka Instrumindo. <http://www.migas-indonesia.com> [28-12-2005]
9. Ikan, R. 1991. **Natural Product a Laboratory Guide**. Academic Press. London.
10. Jhonson, R.W. 1984. **The Chemistry of Dibasic and Polybasic Fatty Acids**. *J. Am. Oil Chem. Soc.* Vol. 61. No. 2

11. Kandesch, E.G. 1979. **Fat-Based Dibasic Acids**. *J. Am. Oil Chem. Soc.* Vol. 56.
12. KAPET. 2000. **Review Master Plan dan Rencana Tindak Lanjut Provil Investasi KAPET Manado-Bitung (Final Report Executive Summary) Kerjasama Badan Pengelola Kawasan Pengembangan Ekonomi Terpadu (KAPET) Manado-Bitung dan Bappeda TK. I Sulawesi Utara Tahun Anggaran 1991/2000**. Manado.
13. Ketaren, S. 1986. **Minyak dan Lemak Pangan**. Edisi Pertama. UI Press. Jakarta.
14. Meffert, A. 1984. **Technical Uses of Fatty Acids Esters**. *J. Am. Oil Chem. Soc.* Vol. 61 No. 2.
15. Noezar, I. 2001. **Konversi Produk Industri Oleokimia Menjadi Pelumas Sintetik**. *Laporan Tahun Kesatu Kegiatan Penelitian Perguruan Tinggi Hibah Bersaing IX/I. Proyek Pengkajian dan Penelitian Ilmu Pengetahuan Terapan*. ITB. Bandung.
16. Saputra, A.H. 2000. **Sekilas Tentang Minyak Pelumas**. Fakultas Teknik UI Jurusan Teknik Gas dan Petrokimia. *Dimensi*. Vol. 3. No. 2. Jakarta.
17. Smith, M.B. 1994. **Organic Synthesis**. McGraw Hill International Edition. Connecticut. USA.