

SINTESIS N-LAUROIL SERINAMIDA MELALUI REAKSI AMIDASI SERIN DENGAN METIL LAURAT DAN REAKSI AMIDASI SERIN DENGAN LAUROIL KLORIDA

SYNTHESIS OF N-LAUROYL SERINAMIDE THROUGH AMIDATION REACTION OF SERINE WITH METHYL LAURATE AND AMIDATION REACTION OF SERINE WITH LAUROYL CHLORIDE

Friskila Delfia Nande, Daniel* dan Eva Marlina

Program Studi Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

Jl. Barong Tongkok No. 4 Gn. Kelua Samarinda. Telp. 0541-749152

*Corresponding Author: daniel_trg08@yahoo.com

ABSTRACT

Research on synthesis N-lauroyl serinamide through serine reaction with methyl laurate and lauroyl chloride has been carried out. Synthesis N-lauroyl serinamide by two reaction methods, the first method was through the esterification reaction of lauric acid to produce methyl laurate and then an amidation reaction was carried out by serine to produce N-lauroyl serinamide with percent yield of 73.86% and HLB value of 6.54. Through the FTIR test showed vibration absorption of the carbonyl amide group at wave number 1624.96 cm^{-1} . The second method is through the chlorination reaction where lauric acid is converted to lauroyl chloride and then an amidation reaction is carried out by serine to produce N-lauroyl serinamide with percent yield of 93.75% and HLB value of 7.27. Through the FTIR test showed vibration absorption of the amide carbonyl group at wave number 1631.78 cm^{-1} . The result shows that N-lauroyl serinamide can be synthesized through serine reaction with methyl laurate and lauroyl chloride which can be used as an emulsifier o/w (oil in water).

Keywords: *Lauroil chloride, Methyl laurate, Amidation, N-lauroil serinamide, Esterification*

PENDAHULUAN

Di era saat ini penggunaan surfaktan semakin banyak diminati. Surfaktan banyak digunakan sebagai bahan utama dalam pembuatan detergen, bahan *emulsifying agent* pada industri kosmetik, farmasi dan pangan serta sebagai *enhance oil recovery* (EOR) yang digunakan untuk meningkatkan perolehan minyak bumi dengan menginjeksikan bahan dari luar *reservoir* [1].

Kebutuhan surfaktan setiap tahunnya semakin banyak digunakan seiring dengan semakin meningkatnya kebutuhan hidup manusia. Di Indonesia, kebutuhan akan surfaktan tiap tahunnya kurang lebih mencapai 95.000 ton yang sebagian besar diproduksi dari petroleum. Namun penggunaan minyak bumi sebagai bahan pembuatan surfaktan memiliki dampak yang buruk pada lingkungan karena sifatnya yang sulit untuk didegradasi dan juga merupakan sumber alam yang tidak dapat diperbaharui. Oleh sebab itu perlunya suatu alternatif lain untuk membuat surfaktan dengan bahan dasar yang memiliki sifat *renewable* dan juga ramah lingkungan [1].

Surfaktan adalah suatu molekul dengan dua gugus yaitu gugus yang suka air (lipofobik atau

hidrofilik) yang merupakan sisi polar dan gugus yang tidak suka air (hidrofobik atau lipofilik) sisi nonpolar, sehingga dapat juga disebut sebagai senyawa *amphiphilic*. Pada gugus hidrofilik dapat berupa suatu kation, anion ataupun nonion. Dan pada gugus hidrofobik dapat berupa rantai hidrokarbon. Surfaktan memiliki sifat yang dapat meningkatkan sifat rambatan suatu cairan sehingga dapat menurunkan tegangan permukaan dari cairan itu sendiri serta dapat meningkatkan kestabilan pada sistem emulsi. Oleh karena itu surfaktan banyak dimanfaatkan sebagai bahan dasar pada industri detergen, sampo, farmasi, produk kosmetik, industri pelapisan dan cat, tekstil, kertas serta pertambangan [1].

Pada umumnya dalam mensintesis surfaktan menggunakan bahan baku dari minyak bumi atau gas alam. Namun dari penggunaan minyak bumi dan gas alam ini memiliki beberapa dampak pada pencemaran lingkungan yaitu sifat yang sulit untuk didegradasi serta tidak dapat diperbaharui sehingga jika digunakan secara terus-menerus dapat menyebabkan sumber daya alam ini akan habis. Alternatif yang dapat digunakan yaitu dengan memanfaatkan sumber daya minyak nabati dan

hewani yang dimanfaatkan dalam pembuatan surfaktan yang ramah lingkungan. Salah satu surfaktan yang dapat disintesis dari bahan dasar minyak nabati yaitu amida asam lemak [1].

Senyawa amida memiliki banyak kegunaan sebagai bahan antimikroba serta surfaktan seperti *N*-steroid glutamida yang digunakan sebagai bahan surfaktan dan antimikroba [2] serta *N*-Benzoil glutamida yang disintesis melalui amidasi benzoil klorida dengan asam glutamat yang digunakan sebagai bahan pengemulsi [3].

Berdasarkan pemaparan tersebut, maka dilakukan penelitian untuk mensintesis senyawa *N*-lauroil serinamida melalui reaksi amidasi serin dengan metil ester dan asil klorida yang selanjutnya akan dibandingkan persen rendemen yang diperoleh. Di mana pada amidasi serin dengan metil ester dengan mereaksikan hasil sintesis metil laurat dengan serin. Sedangkan pada amidasi serin dengan asil klorida, pembuatan *N*-lauroil serinamida dilakukan dengan mereaksikan hasil sintesis lauroil klorida dengan serin.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu spatula, gelas kimia, neraca analitik, labu leher tiga, seperangkat alat refluks, *magnetic stirrer*, termometer, pipet tetes, gelas ukur, corong kaca, labu ukur, pipet volume, oven, buret, klem, tiang statif, seperangkat alat destilasi, *hot plate*, *rotary evaporator*, desikator, Erlenmeyer dan spektrofotometer inframerah.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu asam laurat, $\text{HCl}_{(p)}$, metanol, $\text{H}_2\text{SO}_{4(p)}$, *N*-heksan, akuades, Na_2SO_4 anhidrat, serin, aseton, NaOH , petroleum eter, KOH dan indikator fenolftalein.

Prosedur Penelitian

Pembuatan Metil Laurat

Asam laurat sebanyak 10 gr dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang dihubungkan dengan rangkaian alat refluks yang dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, pendingin dan termometer. Ditambahkan metanol sebanyak 12,14 mL sambil diaduk. Kemudian diteteskan sebanyak 4 mL $\text{H}_2\text{SO}_{4(p)}$ secara perlahan dan direfluks pada suhu 60-70°C selama 4 jam. Hasil reaksi kemudian dipisahkan menggunakan corong pisah dengan mengambil fase atas. Fase atas diekstraksi kembali dengan *N*-heksan dan dicuci menggunakan akuades. Fase atas

selanjutnya diambil dan ditambahkan dengan Na_2SO_4 anhidrat, didiamkan selama 30 menit dan selanjutnya disaring. Filtrat selanjutnya dirotari evaporator pada suhu 40-50°C. Hasil yang diperoleh selanjutnya dihitung rendemen yang dihasilkan serta dianalisa menggunakan FT-I [4].

Amidasi Metil Laurat

Pada tahap ini menggunakan serin sebanyak 0,03 mol (3,2 gram) yang dilarutkan dalam campuran air dan aseton pH 12 (15 mL akuades + 50 mL aseton + larutan NaOH 2N hingga pH 12).

Metil laurat dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang dihubungkan dengan rangkaian alat refluks yang dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, pendingin dan termometer. Ditambahkan larutan serin pada suhu 0-1 °C dan diaduk selama 25 menit. Setelah 25 menit, kemudian larutan direfluks selama 30 menit pada suhu ruang. Hasil reaksi selanjutnya diasamkan dengan menggunakan H_2SO_4 hingga pH larutan mencapai 2. Selanjutnya larutan dilarutkan dengan petroleum eter dan dilakukan rekristalisasi kembali dengan petroleum eter. Hasil yang didapat kemudian dikeringkan dalam desikator. Selanjutnya dihitung rendemen yang dihasilkan, dilakukan analisa penentuan nilai HLB melalui metode titrasi serta dianalisa menggunakan FT-IR [5].

Pembuatan Lauroil Klorida

Asam laurat sebanyak 10 gr dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang dihubungkan dengan alat refluks yang dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, pendingin dan termometer. Selanjutnya ditambahkan 20,88 mL $\text{HCl}_{(p)}$ secara perlahan sambil diaduk, selama penambahan labu didinginkan. Selanjutnya direfluks selama 1,5 jam pada suhu 40-50 °C. Hasil refluksnya kemudian didestilasi pada suhu kurang lebih 80 °C untuk menghilangkan kelebihan HCl . Hasil yang didapat selanjutnya dihitung rendemen yang dihasilkan serta dianalisa menggunakan FT-IR [5].

Amidasi Lauroil Klorida

Pada tahap ini menggunakan serin sebanyak 0,03 mol (3,2 gram) yang dilarutkan dalam campuran air dan aseton pH 12 (15 mL akuades + 50 mL aseton + larutan NaOH 2N hingga pH 12).

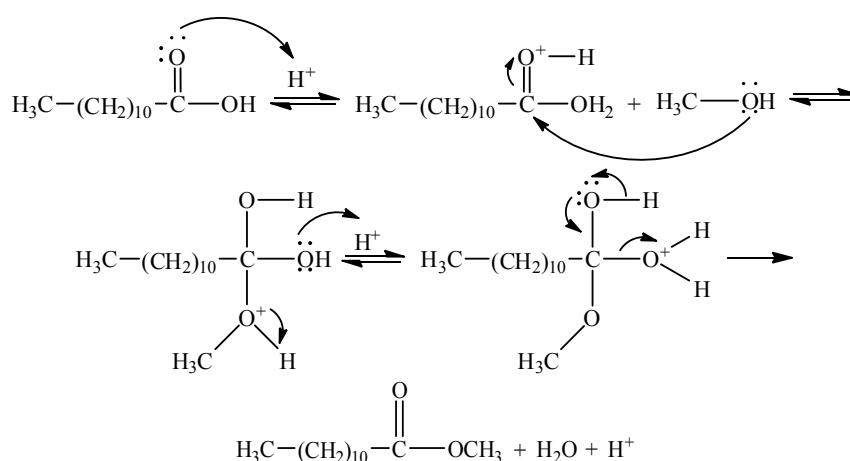
Lauroil klorida dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang dihubungkan dengan rangkaian alat refluks yang dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, pendingin dan termometer. Ditambahkan larutan serin pada suhu 0-1 °C dan diaduk selama 25 menit. Setelah 25 menit, kemudian larutan direfluks selama 30 menit pada suhu ruang. Hasil reaksi selanjutnya diasamkan dengan menggunakan H_2SO_4 hingga pH

larutan mencapai 2. Selanjutnya larutan dilarutkan dengan petroleum eter dan dilakukan rekristalisasi kembali dengan petroleum eter. Hasil yang didapat kemudian dikeringkan dalam desikator. Selanjutnya dihitung rendemen yang dihasilkan, dilakukan analisa penentuan nilai HLB melalui metode titrasi serta dianalisa menggunakan FT-IR [5].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Metil Laurat

Metil laurat diperoleh dengan mereaksikan 0,05 mol (10 gram) asam laurat dengan 0,3 mol (10,14 mL) metanol melalui reaksi esterifikasi. Dari hasil reaksi yang telah dilakukan, maka didapatkan metil laurat dengan persen rendemen sebesar 81,3 %.



Gambar 1. Reaksi Esterifikasi Asam Laurat

Hasil analisa menggunakan spektroskopi FT-IR untuk metil ester (gambar 2) diketahui adanya puncak serapan pada bilangan gelombang 2926,01 cm^{-1} dan 2854,65 cm^{-1} yang merupakan serapan vibrasi *stretching* C-H sp^3 . Hal ini juga didukung dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1426,04 cm^{-1} dan 1436,97 cm^{-1} yang merupakan vibrasi *bending* C-H sp^3 . Pada bilangan gelombang 1743,65 cm^{-1} terdapat puncak serapan yang merupakan serapan dari gugus C=O dari ester yang terbentuk dan didukung dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1170,79 cm^{-1} yang merupakan vibrasi C-O ester. Dari hasil spektrum FT-IR tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa metil laurat telah terbentuk dengan adanya serapan puncak pada gugus C=O ester, C-O ester dan C-H alifatik.

Amidasi Metil Laurat

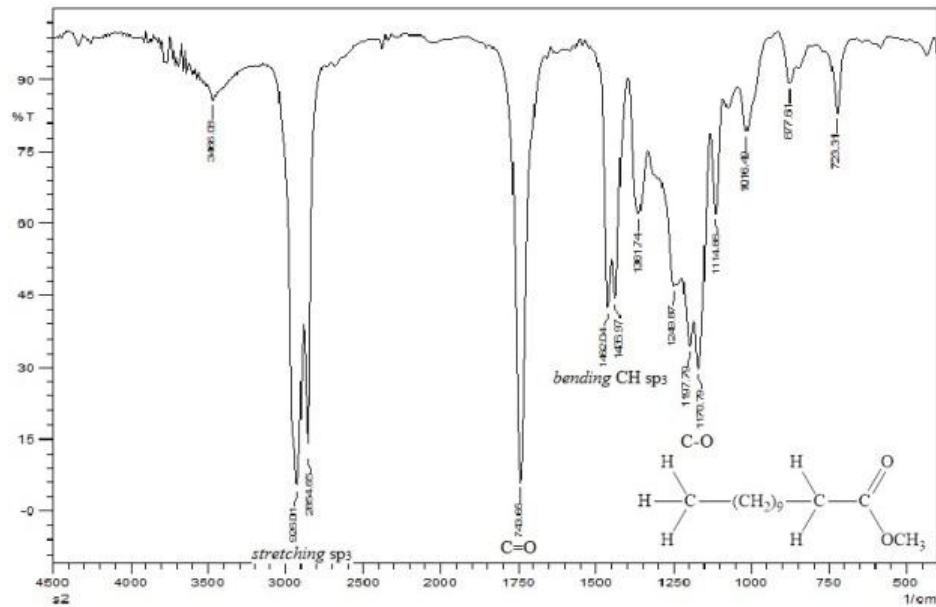
Pada tahap amidasi metil laurat dilakukan dengan mereaksikan 7 gram metil laurat dengan 3,2 gram serin dan menghasilkan *N*-lauroil serinamida dengan persen rendemen sebesar 73,86 %. *N*-lauroil serinamida yang diperoleh selanjutnya dilakukan penentuan bilangan asam dan bilangan penyabunan. Hasil dari penentuan bilangan asam dan bilangan

penyabunan *N*-lauroil serinamida (metil laurat) adalah sebagai berikut:

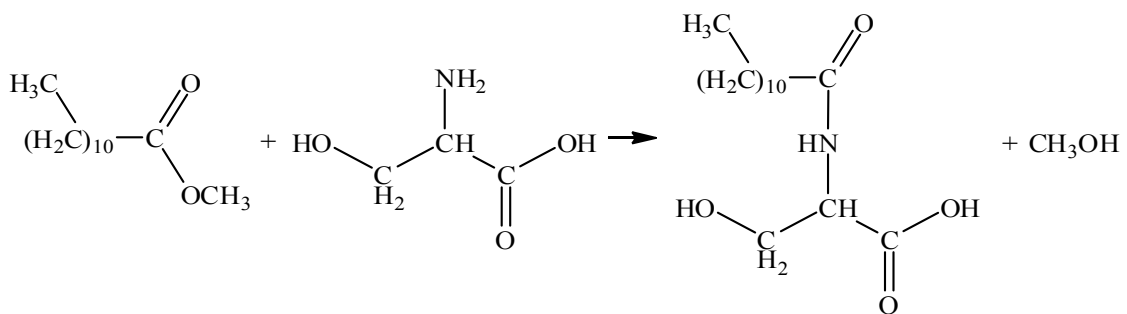
Tabel 1. Penentuan Bilangan Asam dan Bilangan Penyabunan *N*-lauroil serinamida (metil laurat)

| Sampel | Bilangan Asam | Bilangan Penyabunan |
|---|---------------|---------------------|
| <i>N</i>-lauroil serinamida (metil laurat) | 422.99 | 285.71 |

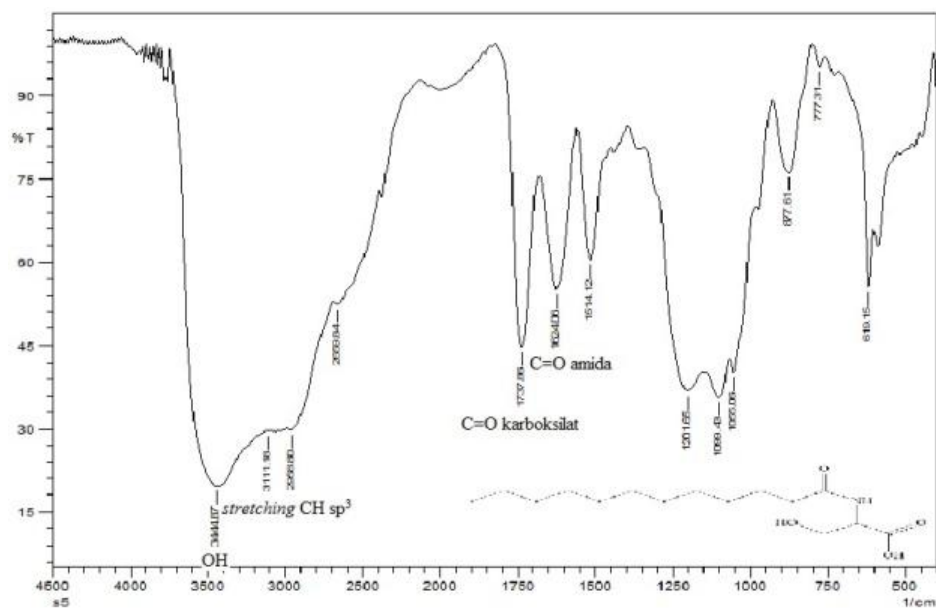
Hasil analisa dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR *N*-lauroil serinamida (metil laurat), dapat diketahui bahwa adanya puncak serapan pada bilangan gelombang 3444,87 cm^{-1} yang merupakan serapan vibrasi dari gugus O-H. Vibrasi *stretching* C-H ditunjukkan pada bilangan gelombang 3111,18 cm^{-1} dan 2958,80 cm^{-1} . Puncak serapan pada bilangan gelombang 1737,86 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi C=O karboksilat dan pada bilangan gelombang 1624,06 cm^{-1} terdapat serapan yang berasal dari vibrasi gugus karbonil (C=O) amida. Munculnya serapan gugus karbonil amida ini dapat menandakan bahwa telah terbentuknya *N*-lauroil serinamida.



Gambar 2. Struktur dan Spektrum FT-IR Metil Laurat



Gambar 3. Reaksi Amidasi Metil Laurat dengan Serin



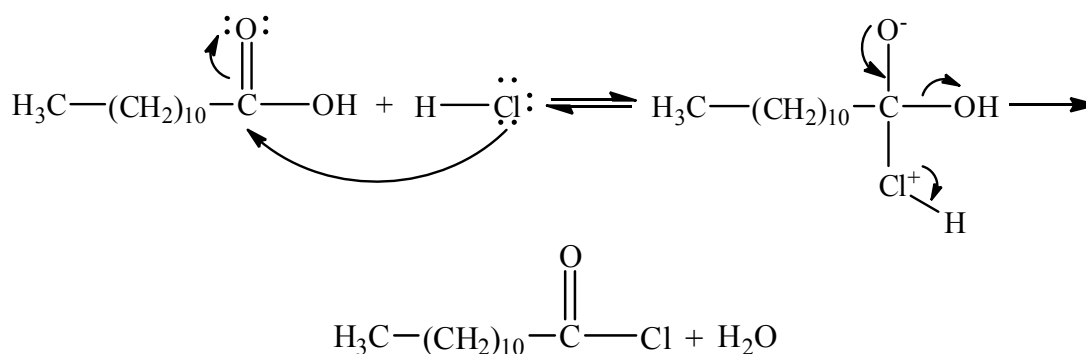
Gambar 4. Struktur dan Spektrum FT-IR N-lauroil serinamida (Metil Laurat)

Pembuatan Lauroil Klorida

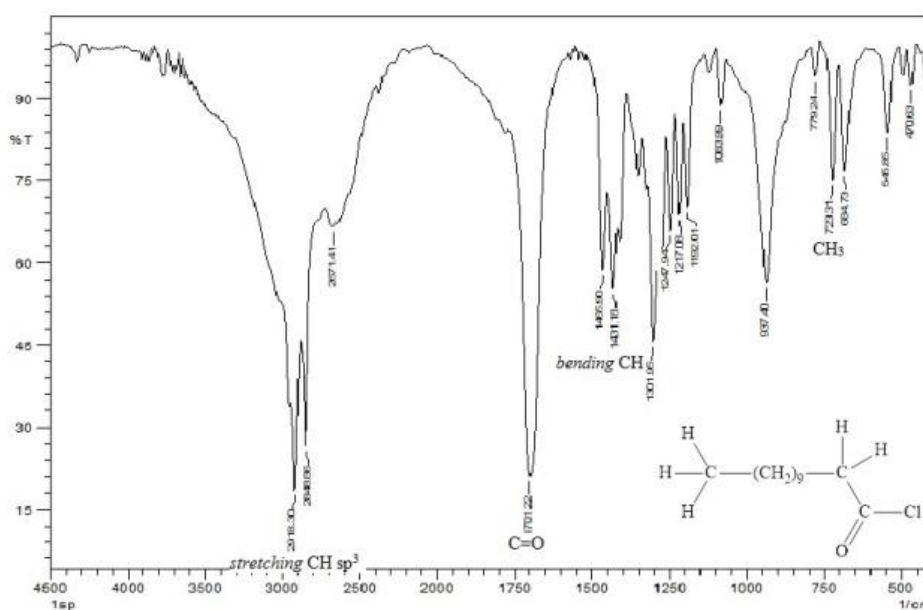
Senyawa lauroil klorida diperoleh dari reaksi antara 0,05 mol (10 gram) asam laurat dengan 0,25 mol (20,88 mL) HCl_(p). Dari hasil reaksi yang telah dilakukan, maka didapatkan lauroil klorida dengan persen rendemen sebesar 91,6 %.

Dari hasil analisa lauroil klorida dengan menggunakan FT-IR diketahui adanya puncak serapan pada bilangan gelombang 2918,30 cm⁻¹ dan 2848,86 cm⁻¹ yang menunjukkan vibrasi *stretching* gugus C-H sp³ yang dimana didukung dengan adanya puncak serapan pada daerah gelombang 1465,90 cm⁻¹ dan 1431,18 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi *bending* C-H sp³ serta pada bilangan gelombang 723,31 cm⁻¹ merupakan puncak serapan dari vibrasi *rocking* CH₃. Pada pita serapan pada bilangan gelombang 1701,22 cm⁻¹ merupakan spektrum serapan dari gugus C=O

(karbonil). Jika dibandingkan dengan pita serapan gugus karbonil pada senyawa asam laurat, terdapat sedikit perbedaan dimana pada serapan IR gugus karbonil memiliki serapan pada bilangan gelombang yang lebih besar. Hal ini dikarenakan elektronegativitas Cl yang lebih besar dibandingkan O sehingga mengakibatkan frekuensi serapannya lebih besar dibandingkan asam lemak. Hal lain yang menunjukkan telah terbentuknya senyawa lauroil klorida yaitu hilangnya puncak serapan pada bilangan gelombang 3200 cm⁻¹ – 3600 cm⁻¹ yang merupakan puncak serapan gugus O-H yang merupakan ciri khas dari asam karboksilat karena adanya ikatan hydrogen [6].



Gambar 5. Reaksi Asam Laurat dengan HCl



Gambar 6. Struktur dan spektrum FT-IR Lauroil Klorinda

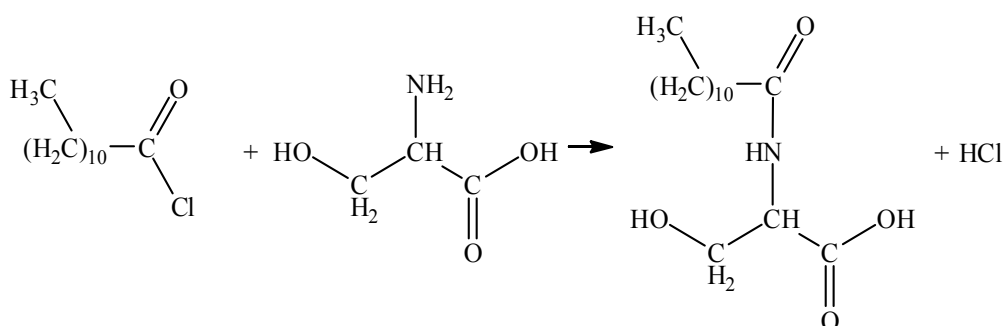
Amidasi Lauroil Klorida

Pada tahap amidasi lauroil klorida dilakukan dengan mereaksikan 8 gram lauroil klorida dengan 3,2 gram serin dan menghasilkan *N*-lauroil serinamida dengan persen rendemen sebesar 93,75 %. *N*-lauroil serinamida yang diperoleh selanjutnya dilakukan penentuan bilangan asam dan bilangan penyabunan. Hasil dari penentuan bilangan asam dan bilangan penyabunan *N*-lauroil serinamida (lauroil klorida) adalah sebagai berikut:

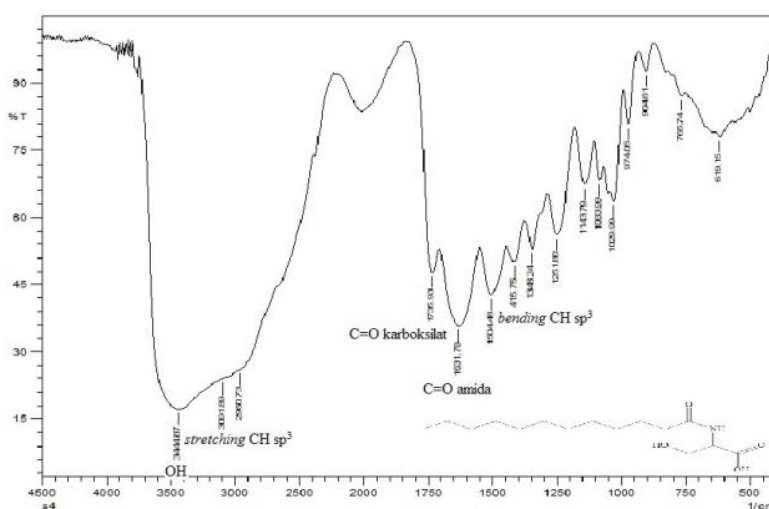
Tabel 2. Penentuan Bilangan Asam dan Bilangan Penyabunan *N*-lauroil serinamida (lauroil klorida)

| Sampel | Bilangan Asam | Bilangan Penyabunan |
|--|---------------|---------------------|
| <i>N</i> -lauroil serinamida (lauroil klorida) | 359.04 | 228.61 |

Dari spektrum FT-IR senyawa hasil sintesis amidasi lauroil klorida dengan serin dapat diketahui adanya puncak serapan pada bilangan gelombang 3444,87 cm⁻¹ yang merupakan serapan vibrasi gugus O-H. Pada puncak serapan 3091,89 cm⁻¹ dan 2960,73 cm⁻¹ merupakan vibrasi *stretching* C-H yang didukung dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1415,75 cm⁻¹ dan 1348,24 cm⁻¹ yang menunjukkan vibrasi *bending* C-H sp³. Selanjutnya pada puncak serapan 1735,93 cm⁻¹ menunjukkan adanya serapan dari vibrasi C=O karboksilat dan pada bilangan gelombang 1631,78 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi dari gugus karbonil (C=O) amida, hal ini dapat disimpulkan bahwa senyawa *N*-lauroil serinamida telah terbentuk pada sintesis.



Gambar 7. Reaksi Amidasi Metil Laurat dengan Serin



Gambar 8. Struktur dan spektrum FT-IR *N*-lauroil serinamida (lauroil klorida)

Penentuan Harga HLB

Berdasarkan hasil analisa penentuan bilangan asam dan bilangan penyabunan dapat ditentukan harga HLB dari *N*-lauroil serinamida. Dimana pada

amidasi metil laurat, *N*-lauroil serinamida yang terbentuk memiliki harga HLB sebesar 6,54. Sedangkan pada amidasi lauroil klorida, *N*-lauroil

serinamida yang terbentuk memiliki harga HLB sebesar 7,27.

Nilai HLB *N*-lauroil serinamida sebesar 6,54 dan 7,27, jika dilihat pada skala nilai HLB yang menunjukkan fungsi surfaktan, maka berdasarkan nilai HLB tersebut terdapat pada posisi yang menunjukkan senyawa *N*-lauroil serinamida dapat digunakan sebagai pengemulsi o/w (*oil in water*).

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian pada analisa spektroskopi FT-IR *N*-lauroil serinamida (metil laurat) adanya puncak serapan pada bilangan gelombang 1624,06 cm⁻¹ yang berasal dari vibrasi gugus karbonil (C=O) amida. Serta pada spektrum FT-IR *N*-lauroil serinamida (lauroil klorida) adanya puncak serapan pada bilangan gelombang 1631,78 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya vibrasi dari gugus karbonil (C=O) amida. Dari hasil reaksi amidasi metil laurat dengan serin menghasilkan *N*-lauroil serinamida dengan persen rendemen sebesar 73,86%. Dan dari hasil reaksi amidasi lauroil klorida dengan serin menghasilkan *N*-lauroil serinamida yang lebih tinggi persen rendemennya yaitu sebesar 93,75%.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Damayanti, A., & Bariroh, S. (2012). Pengolahan Biji Mahoni (*Swietenia Macrophylla* King) Sebagai Bahan Baku Alternatif Biodiesel. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, 1(1), 8–15.
- [2] Okieimen FE, Eromosele CO. 1999. Fatty acid composition of seed oil of *Khaya Senegalensis*. *Bioresource Technology*, pp. 279-280.
- [3] Ong HC, Mahlia TMI, Masjuki HH, Nurhasyima RS. 2011. Comparison Of Palm Oil, *Jatropha Curcas* and *Calophyllum inophyllum* for biodiesel: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 15 (8): 3501-3515.
- [4] Swern, D. 1995. Product-Industrial and Consumer Non Edible Products From Oils and Fats. *Bailey's Industrial Oil and Fat*, Vol. 5, 5th.
- [5] Daniel. 2009. Synthesis Alkanolamide Tetrahydroxy Otadecanoate Compound From Candle Nut Oil. *Indonesian Journal Of Chemistry*. Vol 9 (2), pp. 271-277.
- [6] Daniel. 2009. Synthesis Of Surfactans Dylauroyl Maltose Through Acetylation Reaction Of Maltose Followed By Tranesterification Reaction With Methyl Laurate. *Indonesian Journal Of Chemistry*. Vol 9 (3), pp. 445-451.

- [7] Pavia L Donald, Lampman M Gary, Kriz S George. 2015. *Introduction To Spectroscopy*. Washington: Unversity Bellingham.