

## KARAKTERISASI ASAM LEMAK HIDROKSAMAT DARI MINYAK KELAPA

Oleh:

**Muhsinun**

Dosen Program Studi Pendidikan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Institut Pendidikan Nusantara Global,

**Abstrak:** Asam lemak hidroksamat (FHA) mempunyai banyak manfaat dan merupakan senyawa yang bernilai ekonomis tinggi. Kompleksnya dengan beberapa ion logam telah digunakan dalam kimia analitik sebagai reagen untuk gravimetri, spektrofotometri logam, pengkhelet untuk mineral bumi yang langka dan untuk pengestrak ion-ion logam dari fase air. Oleh sebab itu, sangat perlu dilakukan sintesis FHA dengan bahan dasar yang mengandung asam lemak ini. Salah satu sumber asam lemak adalah minyak kelapa sehingga berpotensi sebagai bahan baku sintesis FHA. Tujuan dari penelitian ini, yaitu sintesis FHA dari minyak kelapa yang dilakukan dengan cara enzimatik dan karakterisasi dari FHA yang dihasilkan. Adapun tahapan penelitian meliputi tahap sintesis, tahap pemurnian dan tahap karakterisasi. Dari hasil penelitian diperoleh persentase hasil sintesis FHA dari minyak kelapa adalah 51.90%. Jumlah gugus asam hidroksamat dalam 1 gram sampel kering FHA adalah 3.04 mmol. Berdasarkan hasil analisis uji warna dengan  $\text{CuSO}_4$  dan  $\text{FeCl}_3$  didapatkan warna kompleks yang khas untuk kedua logam tersebut dengan FHA yaitu warna hijau dan merah tua. Sedangkan dari analisis FTIR, didapatkan spektrum gugus fungsi asam hidroksamat dari sampel FHA.

**Kata kunci:** karakterisasi, sintesis, asam lemak hidroksamat, FHA, minyak kelapa

### PENDAHULUAN

Secara umum asam lemak hidroksamat (FHA) disintesis secara kimia dengan prosedur Blatt (Suhendra *et al.*, 2005) dan prosedur Chih (Ho *et al.*, 2006). Pada prosedur Blatt, reaksi antara alkil atau aril ester dengan hidroksilamin menggunakan katalis basa alkali dan dilakukan pada larutan yang dingin. Namun prosedur ini akan menyebabkan terdekomposisinya produk yang diinginkan karena penggunaan basa alkali tersebut (Suhendra *et al.*, 2005). Sedangkan pada prosedur Chih, reaksi antara ester dengan hidroksilamin menggunakan katalis KCN dan dilakukan pada suhu kamar. Namun, untuk senyawa yang mengandung gugus lain yang lebih reaktif pada alkil esternya, maka harus dilakukan proteksi gugus fungsi pada senyawanya (Ho *et al.*, 2006). Sehingga reaksi pada metode ini tidak spesifik. Salah satu metode terbaik untuk sintesis FHA adalah metode Enzimatik (Suhendra *et al.*, 2005). Pada metode ini digunakan enzim lipase sebagai katalis. Metode ini memiliki kelebihan yaitu spesifik, kondisi reaksi pada suhu kamar dan enantioselektif.

Seperti diketahui, FHA yang tersedia di pasaran sekarang hanya merupakan FHA dengan rantai pendek. Sedangkan untuk FHA dengan rantai sedang dan panjang belum ada di pasaran (Ketaren, 2005). Oleh sebab itu, sangat perlu dilakukan sintesis FHA dengan rantai sedang dan panjang. Salah satu sumber asam lemak dengan rantai sedang dan panjang adalah minyak kelapa. Minyak kelapa memiliki komposisi asam lemak

yang hampir sama dengan komposisi asam lemak minyak kelapa sawit (Kristina, 2007; Novariant, 2007; Gervajio, 2005). Sehingga minyak kelapa memiliki potensi yang sangat besar sebagai bahan baku untuk sintesis FHA dengan rantai sedang dan panjang. Sehingga, untuk pembuktiannya sangat perlu dilakukan penelitian tentang karakterisasi dari FHA dengan bahan baku dari minyak kelapa, dengan harapan nilai ekonomis dari minyak kelapa dapat meningkat.

### METODOLOGI PENELITIAN

Adapun peralatan yang digunakan dalam penelitian, yaitu semua peralatan dasar dari gelas di laboratorium kimia, magnetic stirrer-pemanas, *magnetic bar*, *water shaker batch*, pompa vakum, timbangan digital, *statif-klem*, pH meter digital, Spektrofotometer FT-IR. Adapun bahan yang digunakan berderajat P.A (Pro Analyze) kecuali yang disebut khusus. Bahan tersebut adalah sebagai berikut: n-heksana, minyak kelapa, hidroksilamin hidroklorida, enzim Lipase, buffer asetat, NaOH, HCl,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{FeCl}_3$ , Aquades, pH universal Merck dan kertas saring Whatman.

#### a. Sintesis FHA

Proses sintesis FHA dari minyak kelapa menggunakan mekanisme enzim. Adapun prosedur kerja secara lengkapnya adalah sebagai berikut:

FHA di sintesis berdasarkan metode Suhendra *et al.* (2005). Reaksi pembuatan FHA dilakukan dengan mereaksikan sejumlah minyak kelapa dengan hidrosilamin hidroklorida dalam 100 mL pada erlenmeyer yang tertutup dengan bantuan katalis enzim lipase. Campuran kemudian distirrer dengan kecepatan 100 rpm. FHA yang terbentuk diantara lapisan air-heksana, dipisahkan dari air dan lipase dengan filtrasi. Untuk mendapatkan FHA padat, fraksi n-heksana didinginkan dalam pendingin ( $< 5^{\circ}\text{C}$ ) selama 5 jam.

### b. Pemurnian

FHA yang terbentuk pada lapisan n-heksana-air dipisahkan dari lipase dengan filtrasi vakum pada suhu  $65^{\circ}\text{C}$ . Fase air yang terdapat di bawah lapisan fraksi n-heksana kemudian dipisahkan dengan corong pisah. Untuk mendapatkan FHA padat, fraksi n-heksana didinginkan dalam freezer ( $< -5^{\circ}\text{C}$ ) selama 5 jam dan difiltrasi. FHA yang didapat pada kertas saring dicuci dengan n-heksana sebanyak 3 kali dan dikeringkan dalam desikator yang telah diisi dengan fosfor pentaoksida selama 24 jam.

### c. Karakterisasi

#### 1. Analisis kualitatif

Analisis kualitatif gugus asam hidroksamat yang terbentuk dari hasil penghidrosilaminolisisan di atas dilakukan dengan melihat terbentuknya kompleks berwarna setelah larutan metanolik dari FHA tersebut direaksikan dengan larutan Fe(III) dan Cu(II) dalam larutan metanolik FHA. Selain itu, analisis kualitatif dari gugus fungsi asam hidroksamat yang terbentuk dilakukan dengan mengukur spektrum FTIR dari minyak kelapa dan FHA dengan menggunakan pelet KBr. Gugus fungsi dari minyak kelapa dengan FHA kemudian dibandingkan sehingga diperoleh kemiripan gugus fungsi yang menandakan FHA telah berhasil disintesis dari minyak kelapa.

#### 2. Analisis Kuantitatif

Analisis kuantitatif dilakukan dengan menentukan jumlah gugus asam hidroksamat yang terbentuk berdasarkan jumlah nitrogen yang terkandung pada FHA kering dengan menggunakan metode Semi Makro Kjeldhal.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### a. Sintesis Asam Lemak Hidroksamat (FHA)

Pada tahap ini, dilakukan perbanyakan sintesis FHA dari minyak kelapa dengan menggunakan kondisi optimum (Tabel 1) yang telah diperoleh penelitian sebelumnya (Arsiwan, 2010). Perbanyakan sintesis dilakukan sebanyak 3 kali

dengan menggunakan kondisi optimum di bawah ini.

Tabel 1. Kondisi optimum sintesis FHA

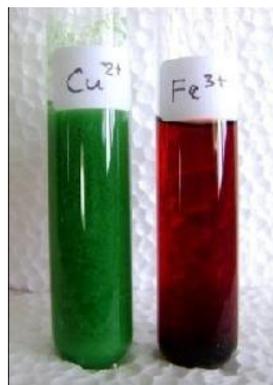
| Parameter                            | Kondisi              |
|--------------------------------------|----------------------|
| Waktu reaksi                         | 25 jam               |
| Suhu                                 | $35^{\circ}\text{C}$ |
| lipase (gram) : hidrosilamin (mmol)  | 1 : 500              |
| lipase (gram) : minyak kelapa (gram) | 1 : 75               |

Berdasarkan hasil pengamatan, ketika semua reaktan dicampur dalam satu wadah terbentuk dua lapisan dimana lapisan atas merupakan lapisan n-heksana yang mengandung minyak dan lapisan bawah merupakan lapisan air yang mengandung hidrosilamin. Pembentukan dua lapisan ini disebabkan karena n-heksana tidak bisa bercampur dengan air. Hal ini disebabkan oleh perbedaan sifat dari kedua pelarut substrat tersebut yaitu n-heksana bersifat nonpolar, sedangkan air bersifat polar (Liauw *et al.*, 2008; Otto, 2000). Setelah proses reaksi selesai, didapatkan warna kedua pelarut menjadi keruh dimana pada lapisan air terbentuk warna keruh kecoklatan, sedangkan pada lapisan n-heksana terbentuk warna keruh keputihan. Pembentukan warna keruh kecoklatan pada lapisan air disebabkan oleh terpecahnya padatan enzim lipase yang berwarna coklat menjadi partikel-partikel kecil yang terdispersi secara merata dalam air, sedangkan terbentuknya warna keruh keputihan pada lapisan n-heksana disebabkan oleh terbentuknya produk baru yaitu FHA yang larut dalam n-heksana. Apabila produk reaksi tersebut dibiarkan mendingin pada suhu kamar, maka pada lapisan n-heksana akan terbentuk produk berwarna putih yang merupakan FHA. Pembentukan produk berwarna putih tersebut disebabkan oleh menurunnya kelarutan FHA dalam n-heksana yang disebabkan oleh turunnya temperatur pada sistem reaksi oleh proses pendinginan (Isha *et al.*, 2007). Dalam hal ini telah dilakukan perbanyakan (*Scaling Up*) pada sintesis FHA dan diperoleh hasil yang relatif sama, yaitu sekitar 51,9% rendemen.

### b. Karakterisasi Asam Lemak Hidroksamat

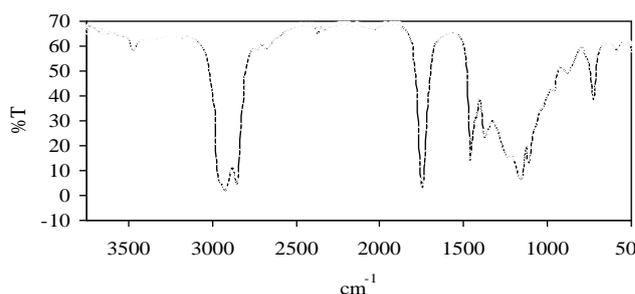
Kompleks FHA dengan besi (Fe) dan tembaga (Cu) menghasilkan warna merah dan hijau berturut-turut. Ini merupakan warna umum dari kompleks yang dapat diamati ketika ion logam ini bereaksi dengan asam hidroksamat, sesuai dengan penelitian Suhendra *et al.* (2005). Untuk uji warna pada FHA, dilakukan dengan mereaksikan larutan metanolik FHA dengan larutan  $\text{FeCl}_3$  2% dan  $\text{CuSO}_4$  1 M, dimana FHA dengan  $\text{Fe}^{3+}$  akan

membentuk kompleks dengan warna merah tua sedangkan dengan  $\text{Cu}^{2+}$  membentuk kompleks dengan warna hijau.



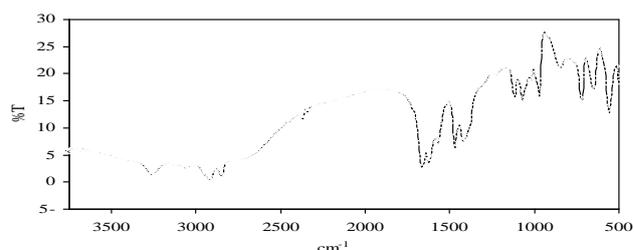
Gambar 1. Warna kompleks  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Cu}^{2+}$  larutan metanolik FHA

Untuk karakterisasi lainnya telah dilakukan analisis FTIR dengan membandingkan spektrum FTIR pada minyak kelapa dan FHA. Berdasarkan pada hasil pengamatan spektrum FTIR, didapatkan perbedaan spektrum dari kedua sampel seperti ditunjukkan pada Gambar 2. dan Gambar 3.



Gambar 2. Spektrum FTIR minyak kelapa.

Dari spektrum FTIR minyak kelapa di atas terlihat bahwa pada bilangan gelombang  $2924\text{ cm}^{-1}$  dan  $2854\text{ cm}^{-1}$  terdapat regangan C-H rantai alkil alifatik panjang. Pada bilangan gelombang  $1743\text{ cm}^{-1}$  terdapat satu pita yang dimiliki oleh regangan C=O ester. Jadi dalam struktur trigliserida pada minyak kelapa terdapat gugus fungsi ester.



Gambar 3. Spektrum FTIR FHA

Spektrum FTIR dari FHA menunjukkan karakteristik penyerapan ikatan dari gugus amida-NH- pada  $3263\text{ cm}^{-1}$ , dan pada bilangan gelombang

$3062\text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan keberadaan regangan O-H. Penyerapan ikatan gugus C-H stretch dan bending, berturut-turut muncul pada  $2846\text{--}2916\text{ cm}^{-1}$  (puncak tajam dan sedang) dan  $1024\text{ cm}^{-1}$ . Dari dua analisis kualitatif di atas membuktikan bahwa terdapat gugus asam hidroksamat pada FHA yang di sintesis dari minyak kelapa.

Analisis kuantitatif FHA yang terbentuk dilakukan dengan penentuan jumlah total N yang terkandung dalam FHA kering dengan menggunakan metode Semi Makro Kjeldahl. Berdasarkan hasil analisis, jumlah total N yang terkandung dalam sampel FHA kering adalah 4,29%. Ini berarti bahwa terdapat 3,04 mmol gugus asam hidroksamat dalam 1 gram sampel FHA kering hasil sintesis dari minyak kelapa.

## PENUTUP

Berdasarkan hasil karakterisasi dan kajian pustaka yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa FHA dapat disintesis dari minyak kelapa secara enzimatik dengan persentase rendemen sebesar 51,90%. Dari analisis kuantitatif diperoleh besarnya kandungan Nitrogen yang di representasi oleh gugus asam hidroksamat dalam FHA kering, yaitu sebesar 3,04 mmol/g.

## DAFTAR PUSTAKA

- Arsiwan, R. 2010. *Sintesis Asam Lemak Hidroksamik Dari Minyak Kelapa Secara Enzimatik*, Mataram: Universitas Mataram.
- Gervajio, G.C. 2005. *Fatty Acids and derivatives from Coconut Oil*. Jhon Wiley & Sons Inc, New York.
- Ho, C.Y. & Stobel, E.D. 2006. *Preparation Of Hydroxamic Acids From Ester In Solution And On The Solid Phase*. USA: United States Patent.
- Isha, A., Yusof, N.A., Ahmad, M., Suhendra, D., Yunus, W.M.Z.W., Zainal, Z. 2007. Optical Fibre Chemical Sensor For Trace Vanadium(V) Determination Based On Newly Synthesized Palm Based Fatty Hydroxamic Acid Immobilized In Polyvinyl Chloride Membrane. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. p:1398-1402.
- Ketaren S. 2005. *Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta (ID): UI Press.
- Kristina, N.N. & Syahid, S.F. 2007. Penggunaan Tanaman Kelapa (*Cocos nucifera*),

Pinang (*Areca catechu*) dan Aren (*Arenga pinnata*) Sebagai Tanaman Obat. *Warta Puslitbangbun*. 13(2).

- Liau, M.Y., Natan, F.A., Widiyanti, P., Iksari, D., Indraswati, N., Soetaredjo, F. E. 2008. Extraction of Neem Oil (*Azadirachta indica* A. Juss) Using n-Hexane And Ethanol: Studies of Oil Quality, Kinetic And Thermodynamic. *ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences*. p:49-54.
- Novariant, H. & Tulalo, M. 2007. Kandungan Asam Laurat Pada Berbagai Varietas Kelapa Sebagai Bahan Baku VCO. *Jurnal Litri*. p:28-33.
- Otto, S. & Engberts, J.B.F.N. 2000. Diels–Alder reactions in water. *Pure and Applied Chemistry*. p:1365–1372.
- Suhendra, D., Wan Yunus, W.M.Z., Haron, M.J., Basri M., Silong, S. 2005. Enzymatic synthesis of fatty hydroxamic acid from palm oil. *Journal Oleo Science*. 54 (1): 33-38.