

SINTESIS DEKIL Kloro ASETAT DARI 1-DEKANOL DENGAN ASAM Kloro ASETAT MENURUT METODE FISCHER

SYNTHESIZE OF DECYL CHLORO ACETIC FROM 1-DECANOL AND CHLORO ACETIC ACID BY FISCHER METHOD

Karim Th
Jurdik Kimia FMIPA UNY

ABSTRAK

Tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis ester dekil kloro asetat dari 1-dekanol dengan asam kloro asetat menggunakan katalis asam sulfat pekat melalui metode reaksi esterifikasi Fischer. Sintesis dekil kloro asetat dilakukan dengan mereaksikan 62,8682 gram 1-dekanol dan 56,1141 gram asam kloro asetat dengan menggunakan katalis asam sulfat pekat sebanyak 0,784 gram. Refluks dilakukan dalam labu alas bulat 250 mL selama 8 jam pada suhu 69°C. Larutan hasil refluks sebanyak 112,600 gram dibiarkan dingin. Selanjutnya didestilasi menggunakan metode destilasi sederhana, destilat keluar pada suhu 268°C sebanyak 22,350 gram. Destilat dianalisis menggunakan spektrofotometer IR, GC dan GC-MS. Analisis hasil penelitian menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis adalah ester dekil kloro asetat dengan rendemen sebesar 24,07%.

Kata kunci: dekil kloro asetat

ABSTRACT

The research aim was to synthesize decyl chloro acetic from 1-decanol and chloro acetic acid with a concentrated sulfuric acid as catalyst according to Fischer esterification reaction. The synthesis was done by reacting 62.8682 grams of 1-decanol, 56.1141 grams of chloro acetic acid and 0.784 grams concentrated sulfuric acid. The mixture was refluxed at 69°C for about 8 hours. The resultant (112.600 grams) was cooled and then distilled at 268°C resulting in 22.35 grams. The product was analyzed by IR, GC and GC-MS, and it showed that the compound was to be an ester decyl chloro acetic and the yield was to be 24.07%.

Key word: decyl chloro acetic

PENDAHULUAN

Kemajuan yang sangat pesat di bidang Kimia Organik berdampak pada banyaknya penemuan senyawa kimia organik yang berguna bagi kesejahteraan masyarakat banyak. Salah satu hasil perkembangan tersebut adalah cat yang digunakan untuk mengecat badan kapal. Pada pengecatan badan kapal diperlukan cat yang tahan terhadap air laut, karena air laut sebagai elektrolit yang bersifat mempercepat terjadinya korosi. Bahan dasar cat yang dimaksud adalah senyawa dekil kloro asetat yang dapat disintesis menggunakan metode esterifikasi Fischer. Secara umum reaksi esterifikasi adalah reaksi asam karboksilat dan alkohol dengan menggunakan katalis asam sulfat pekat. Misalnya reaksi antara asam asetat

dengan etanol akan menghasilkan ester etil asetat. Sedangkan reaksi antara asam benzoat dengan t-butil alkohol akan menghasilkan ester t-butil benzoat. Pada kedua reaksi tersebut digunakan alkohol suku rendah dan asam karboksilat yang tidak tersubstitusi halogen.

Dalam penelitian ini alkohol yang digunakan adalah alkohol suku tinggi yaitu 1-dekanol dan asam karboksilat yang digunakan adalah asam karboksilat tersubstitusi halogen pada posisi α yaitu asam kloro asetat, sehingga akan dihasilkan ester dekil kloro asetat. Gugus alkil pada ester berfungsi sebagai gugus yang menolak air, oleh karena itu semakin panjang gugus alkil akan semakin baik. Gugus alkil yang panjang akan lebih efektif dalam menekan logam yang dilapisi cat sehingga akan menghalangi terjadinya korosi.

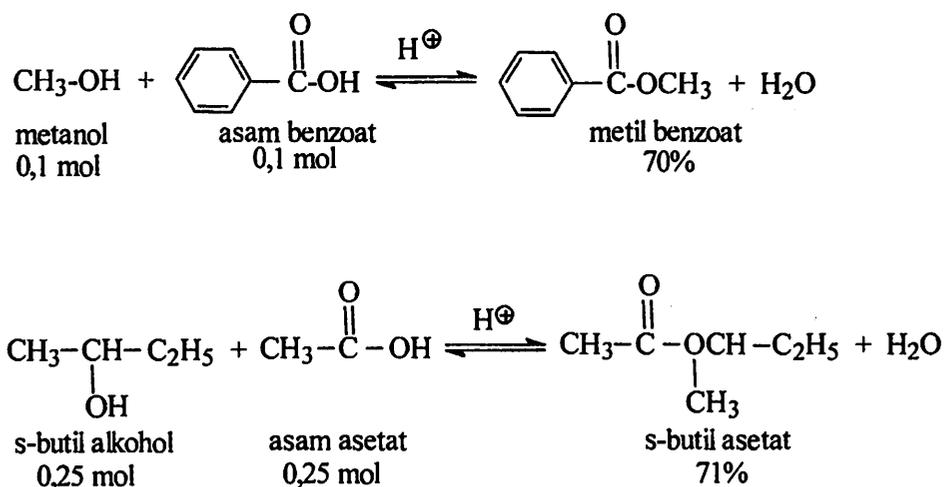
Ester dekil kloro asetat merupakan senyawa penyedia elektrofil pada reaksi pembuatan cat tahan air. Untuk menghasilkan elektrofil dekil asetonium maka senyawa ester dekil kloro asetat ditambah dengan AlCl_3 yang kemudian direaksikan dengan senyawa 1,2,3-benzotriazol. Sebagai penyedia elektrofil karena atom klor pada ester dekil kloro asetat pada posisi α akan bertindak sebagai nukleofil membentuk ion dekil asetonium. Karena atom klor pada posisi α akan bertindak sebagai nukleofil maka akan menyerang orbital kosong pada AlCl_3 dan membentuk kompleks katalis AlCl_4^- . Selanjutnya kompleks katalis yang terbentuk akan bertindak sebagai nukleofil pada reaksi substitusi terhadap benzotriazol (Ling, Han, 2000 : 99)

Mengingat pentingnya ester dekil kloro asetat sebagai bahan dasar pembuatan cat tahan air dan belum dilakukannya penelitian tentang sintesis ester dekil kloro asetat, maka perlu dilakukan penelitian sintesis ester dekil kloro

asetat. Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat digunakan untuk memenuhi penyediaan bahan pada pembuatan cat tahan air. Selain itu, penelitian ini bertujuan untuk menelusuri/mempelajari mekanisme reaksi yang terjadi pada sintesis ester dekil kloro asetat dengan metode Fischer.

Reaksi Esterifikasi Fischer

Reaksi esterifikasi merupakan reaksi pembuatan ester dari asam karboksilat dan alkohol dengan menggunakan katalis asam sulfat pekat. Reaksi ini ditemukan oleh Fischer, sehingga disebut sebagai reaksi esterifikasi Fischer. Reaksi esterifikasi yang umum dilakukan di laboratorium menggunakan bahan dasar asam karboksilat dan alkohol suku rendah. Misalnya reaksi antara metanol dengan asam benzoat dan reaksi antara s-butil alkohol dengan asam asetat (Francois A.C, 1992 : 609). Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar 1. Reaksi antara metanol dengan asam benzoat dan reaksi antara s-butil alkohol dengan asam asetat

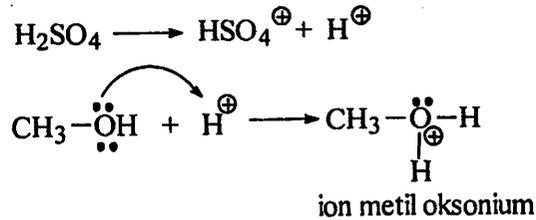
Produk reaksi (metil benzoat dan s-butil alkohol) yang dihasilkan cukup tinggi yaitu masing-masing sebesar 70% dan 71%. Ini menunjukkan bahwa esterifikasi metode Fischer untuk mensintesis ester metil benzoat maupun s-butil asetat cukup efektif.

Mekanisme Reaksi Esterifikasi

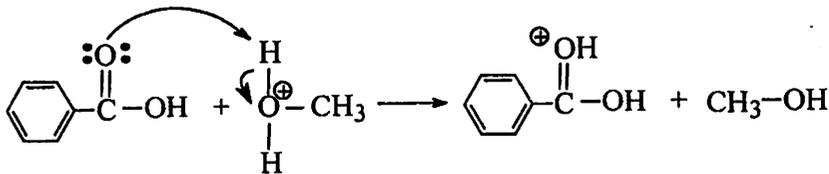
Menurut Francois (1992 : 783), atom

oksigen pada gugus ester (-OR) dari hasil reaksi berasal dari alkohol bukan dari asam karboksilat. Atom oksigen pada gugus ester pada reaksi pertama di atas, (-OCH₃) dan reaksi kedua adalah (-OCH(CH₃)C₂H₅) masing-masing berasal dari metanol dan s-butil alkohol. Hal ini dapat ditelusuri melalui mekanisme reaksi sebagai berikut :

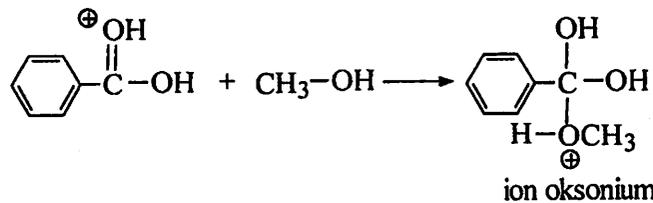
Tahap 1. Metanol terprotonasi oleh proton dari katalis asam sulfat pekat



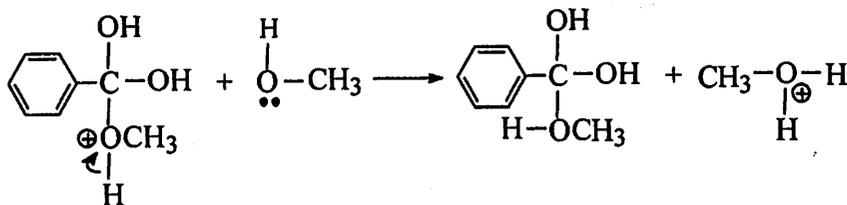
Tahap 2. Non bonding electron (nbe) atom oksigen ikatan rangkap C=O dari asam benzoat menyerang ion metil oksonium



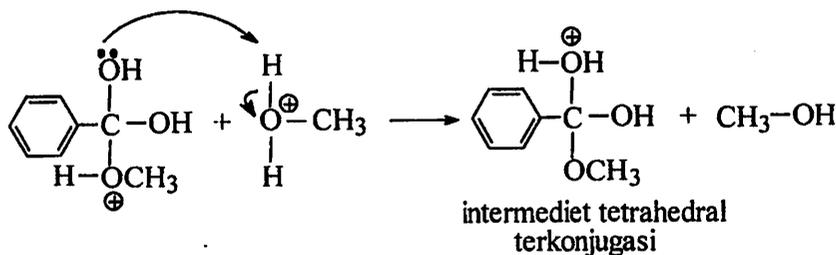
Tahap 3. Konjugat asam benzoat gugus hidroksilnya memiliki karakter atom karbonnya sebagai elektrofil sehingga diserang kembali oleh metanol



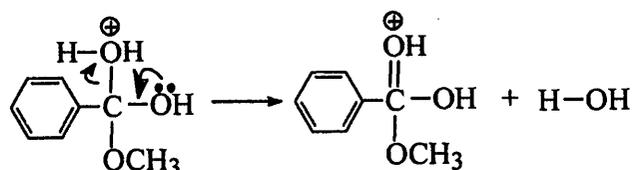
Tahap 4. Ion oksonium pada Tahap 3 yang kelebihan proton pada struktur intermediet akan diserang oleh metanol.



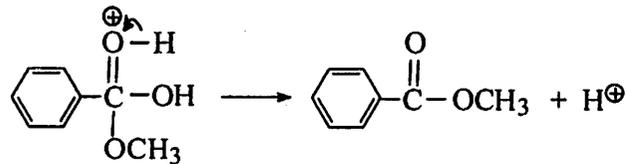
Tahap 5. Atom oksigen dari intermediet tetrahedral pada Tahap 4 menyerang proton pada ion metil oksonium



Tahap 6. Intermediet tetrahedral terkonjugasi melepaskan molekul air



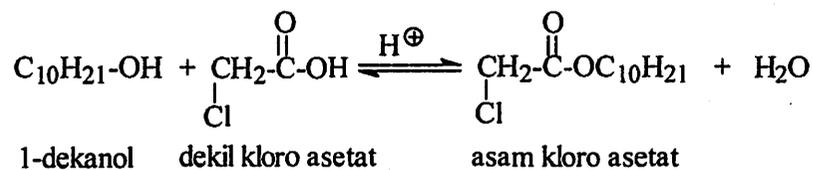
Tahap 7. Konjugat metil benzoat melepaskan proton membentuk ester metil benzoat



Reaksi Sintesis Ester Dekil Kloro Asetat

Jika metanol dirumuskan sebagai R_1-OH dan asam benzoat sebagai R_2-COOH maka ester yang terjadi adalah R_2-COOR_1 . Menurut William (1992 : 64) persamaan reaksi yang

terjadi pada sintesis ester dekil kloro asetat dari 1-dekanol dengan asam kloro asetat dengan menggunakan katalis asam sulfat pekat adalah sebagai berikut:



Mekanisme reaksi yang terjadi mirip dengan mekanisme yang terjadi pada reaksi antara metanol dengan asam benzoat, perbedaannya hanya pada gugus alkil dari alkohol yang digunakan ($C_{10}H_{21}$) dan alkil pada asam (CH_2-Cl). Diharapkan ester dekil kloro asetat yang terjadi juga memiliki kadar yang tinggi.

pemanasan selama 8 jam. Setelah itu larutan hasil refluks dibiarkan dingin, lalu larutan didestilasi dengan destilasi sederhana yang menghasilkan destilat pada suhu $268^{\circ}C$. Selanjutnya destilat dianalisis dengan spektrofotometer IR, GC dan GC-MS.

METODE PENELITIAN

Ke dalam labu alas bulat 250 mL dimasukkan 62,8682 gram 1-dekanol dan 56,1141 gram asam kloro asetat serta 0,784 gram katalis asam sulfat pekat. Campuran kemudian direfluks pada temperatur $69^{\circ}C$ yang dilengkapi dengan pengaduk magnetik dengan

Data yang diperoleh dari GC digunakan untuk menentukan kemurnian atau kadar ester dekil kloro asetat. Kemudian hasilnya dieocokkan dengan kemurnian atau rendemen perhitungan. Rendemen ester dekil kloro asetat secara perhitungan dapat diperoleh dari jumlah mol dalam reaksi dikalikan massa rumus relatif, sehingga rendemennya sama dengan berat yang dihasilkan dibagi berat senyawa perhitungan dikalikan 100%.

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{berat ester dekil kloro asetat yang dihasilkan}}{\text{berat ester dekil kloro asetat perhitungan}} \times 100\%$$

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Sintesis Ester Dekil Kloro Asetat

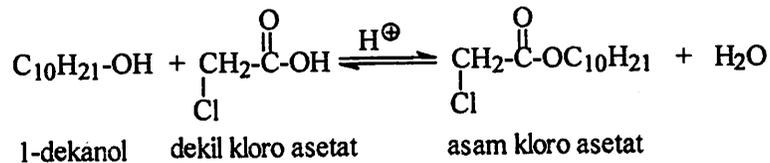
Perbandingan massa hasil refluks dengan katalis asam sulfat pekat ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan Massa Reaktan dan Hasil Refluks pada Suhu $69^{\circ}C$

1-dekanol (gram)	Asam kloro asetat (gram)	Asam sulfat pekat (gram)	Hasil refluks (gram)
62,8682	56,1141	0,784	112,600

Larutan hasil refluks kemudian didestilasi dengan metode destilasi sederhana. Dari 112,600 gram larutan hasil refluks diperoleh destilat ester dekil kloro asetat sebanyak 22,350 gram.

Reaksi sintesis ester dekil kloro asetat dapat



Senyawa 1-dekanol yang digunakan adalah
 $62,8682 \text{ gram} = \frac{62,8682 \text{ gram}}{158 \text{ mol}} = 0,3979 \text{ mol}$.

Berat asam kloro asetat yang digunakan adalah
 $56,1141 \text{ gram} = \frac{56,1141 \text{ gram}}{94,5 \text{ mol}} = 0,5938 \text{ mol}$.

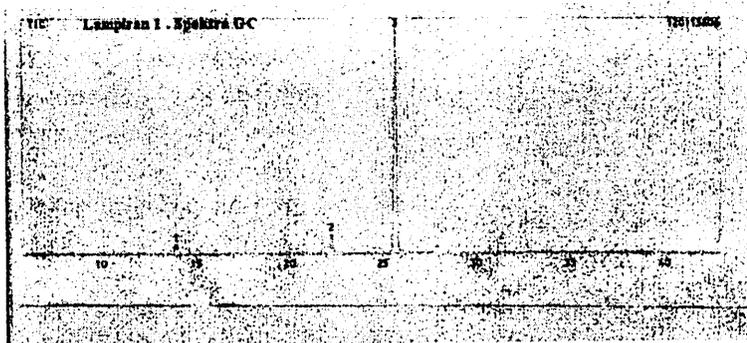
Dari reaksi di atas diketahui bahwa 1 mol 1-dekanol \approx 1 mol asam kloro asetat \approx 1 mol dekil kloro asetat. Karena jumlah mol 1-dekanol lebih kecil dari pada mol asam kloro asetat, maka perhitungan mol senyawa dekil kloro asetat yang terjadi didasarkan pada jumlah mol 1-dekanol. Jadi dekil kloro asetat yang terbentuk

digunakan untuk menghitung rendemen senyawa hasil reaksi, yaitu dengan cara membagi berat senyawa hasil reaksi dengan berat senyawa ester dekil kloro asetat hasil perhitungan (hasil teoritis). Reaksi yang terjadi pada sintesis ester dekil kloro asetat adalah:

adalah 0,3979 mol. Berat dekil kloro asetat =
 $0,3979 \text{ mol} \times 234,5 \text{ gram} = 92,9789 \text{ gram}$. Jadi rendemen yang terjadi adalah
 $\frac{22,350}{92,9789} \times 100\% = 24,07\%$.

Analisis Senyawa Hasil Reaksi

Analisis senyawa hasil reaksi dilakukan dengan menggunakan GC, GC-MS dan spektrofotometer IR. Kromatogram senyawa hasil dengan menggunakan kromatografi gas (GC) disajikan pada Gambar 2.



Gambar 1. Kromatogram Senyawa Hasil Sintesis

Dari kromatogram pada Gambar 2, diperoleh luas puncak, tinggi puncak dan persentase puncak seperti ditunjukkan pada Tabel 2.

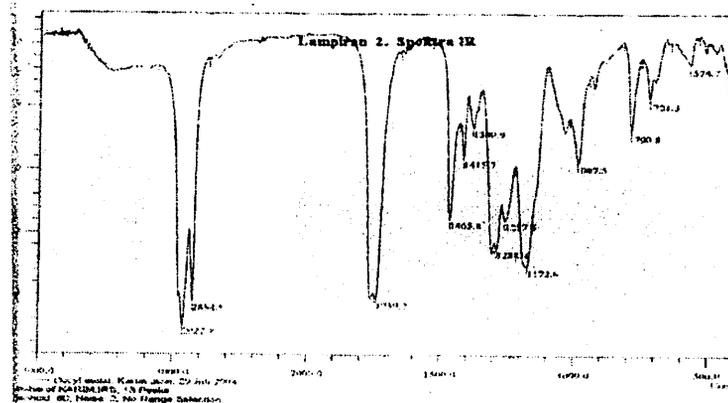
Tabel 2. Luas, Tinggi dan Persentase Puncak Kromatogram

No.	Luas Puncak	Tinggi Puncak	Persentase
1	29160640	4339926	2,18
2	88651547	9783937	6,64
3	1216822953	118534592	91,17

Berdasarkan Tabel 2, diketahui bahwa

kadar senyawa hasil reaksi sebesar 6,64 %. Jika dibandingkan dengan hasil teoritis (24,07 %), menunjukkan bahwa sintesis ester dekil kloro asetat belum berhasil dengan baik karena masih memiliki kadar yang rendah. Hal ini disebabkan karena senyawa dekil kloro asetat terhidrolisis kembali membentuk 1-dekanol dan asam kloro asetat. Untuk menghindari dekil kloro asetat tidak terhidrolisis kembali, maka perlu dilakukan refluks dengan waktu lebih 8 jam.

Spektra IR senyawa hasil sintesis disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektra IR Senyawa Hasil Sintesis

Dari Gambar 2 diperoleh inteusitas puncak spektra, seperti ditunjukkan pada Tabel 3

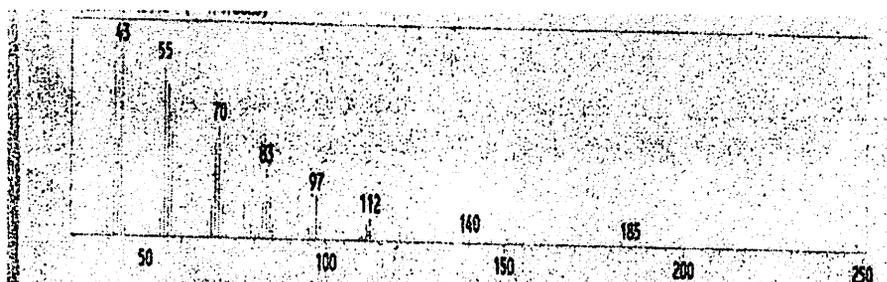
Tabel 3. Intensitas Puneak Spektra dan Posisinya

No.	Pos (1/cm)	Intensitas (%T)	No.	Pos (1/cm)	Intensitas (%T)
1	547,7	30,417	8	1380,9	28,401
2	721,3	30,632	9	1415,7	26,020
3	790,8	28,073	10	1465,8	21,250
4	987,5	25,644	11	1739,7	14,695
5	1172,6	17,396	12	2854,5	14,423
6	1257,2	21,130	13	2927,7	12,420
7	1288,4	18,869			

Berdasarkan Tabel 3 dapat diketahui bahwa puncak $2927,7 \text{ cm}^{-1}$ dan $2854,5 \text{ cm}^{-1}$ sebagai bukti adanya gugus CH yang berasal dari gugus alkyl. Hal ini didukung adanya serapan lemah pada $1415,7 \text{ cm}^{-1}$. Serapan tajam (kuat) pada $1739,7 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus karbonil C=O. Karena pada daerah 2800 cm^{-1} tidak ada serapan duplet untuk aldehid dan pada 3500 cm^{-1} tidak ada serapan untuk amida

serta pada 3400 cm^{-1} tidak ada serapan melebar untuk asam, maka gugus karbonil C=O berasal dari ester. Jadi dari spektra IR senyawa hasil sintesis diketahui memiliki gugus alkil, ester dan karbonil.

Kromatogram GC-MS senyawa hasil sintesis disajikan pada Gambar 4.



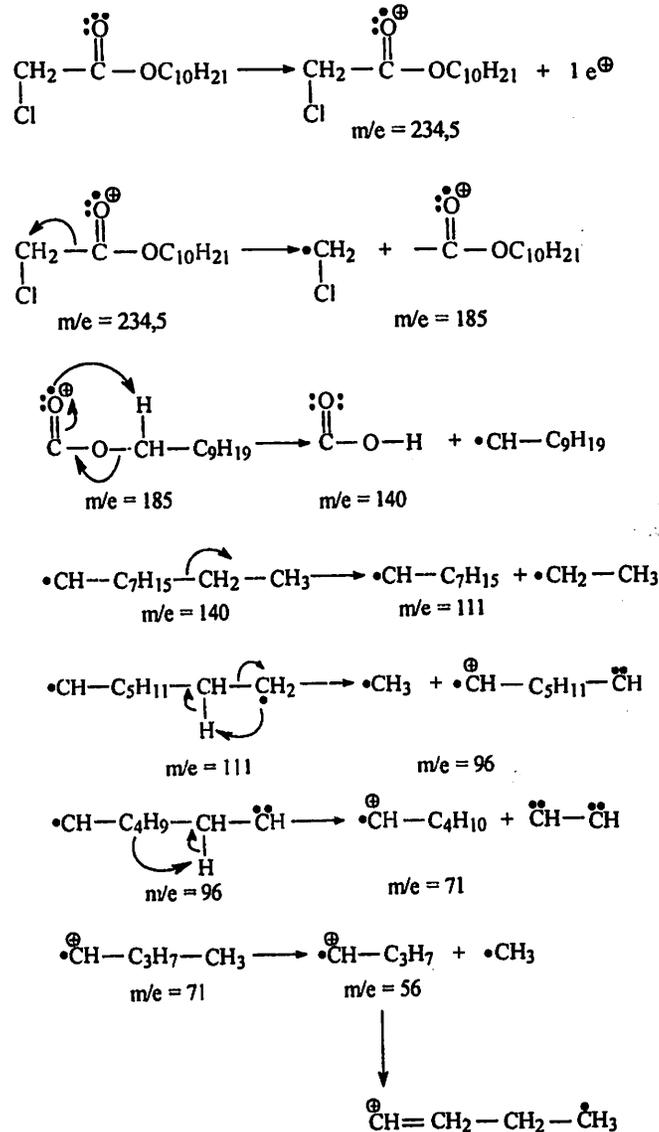
Gambar 4. Kromatogram GC-MS Senyawa Hasil Sintesis

Berdasar Gambar 4, dapat dirangkum seperti yang tersaji pada Tabel 4.

Tabel 4. m/e Senyawa Hasil Sintesis

No.	Senyawa	m/e							
		185	140	112	97	83	70	55	43
1	Hasil Reaksi								

Berdasarkan pada Tabel 4 dapat dilakukan fragmentasi sebagai berikut (Gambar 5):



Gambar 5. Fragmentasi senyawa hasil reaksi

Dari hasil fragmentasi diketahui bahwa senyawa hasil sintesis mengandung gugus klorometilen (-CH₂Cl), ester (-COOC₁₀H₂₁), karbonil (C=O) dan metil (-CH₃).

Jadi dari spektra IR dan kromatogram GC-MS dapat diketahui bahwa senyawa hasil sintesis memiliki gugus alkil, ester, karbonil dan klorometilen. Sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil sintesis adalah ester dekil kloro asetat.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Senyawa hasil sintesis adalah ester dekil kloro asetat
2. Kadar senyawa ester dekil kloro asetat hasil sintesis adalah 24,07 %.

3. Mekanisme reaksi sintesis ester dekil kloro asetat dapat ditelusuri sesuai dengan mekanisme esterifikasi Fischer.

Saran

Berdasarkan kadar ester dekil kloro asetat yang diperoleh dapat diajukan saran-saran sebagai berikut:

1. Perlu dilakukan penelitian lanjutan dengan perlakuan refluks antara 12 – 16 jam.
2. Destilasi sebaiknya dilakukan dengan metode destilasi pengurangan tekanan.
3. Senyawa hasil sintesis sebaiknya dianalisis dengan NMR untuk mengetahui jumlah proton sesuai dengan lingkungan kimianya.

DAFTAR PUSTAKA

- Bazzi, S.I. (1998). Some organic compound of inhibitor for the corrosion of aluminium alloy 6-63 in degenerated carbonate solutions. *Journal Corrosion*, 57(11), 63-74.
- Brown, W.H., (1992). *Introduction to organic chemistry*. Boston: Willard Grant Press.
- Dabor, M., & Mobe, K. (2000). *Electrochemical and corrosion behavior of iron in the presence of substituted bromotriazole*. Toronto: School of Engineering and Applied Science.
- Francois, A.C. (1992). *Organik chemistry*. New York: Mc. Graw-Hill Inc.
- Harold, M., Mc. Clair (199). *Basic liquid chromatography*. California: Varken associates Inc.
- Ling, Y., Guan and Han, K.N. (2000). Corrosion Inhibition of Copper with Benzotriazole and Other Organic Surfactants. *Journal Corrosion*. 51(5), 129-135.
- Mungall, W.S. (1999). *Experimental organic chemistry*. New York: John Willey & Sons.
- Walker, R. (2000) Aqueous corrosion of tin-bronze and inhibition by bromotriazole. *Journal Corrosion*, 56(12), 334-342