



## SINTESIS DAN KARAKTERISASI ASAM LEMAK HIDROKSAMAT DARI EKSTRAK MINYAK MENTAH DEDAK PADI

Muhsinun<sup>1\*</sup>, Mulia Rasyidi<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Program Studi Pendidikan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pendidikan Nusantara Global, Indonesia

### Article Information

#### Article history:

Received: December 30, 2022

Approved: January 20, 2023

#### Kata kunci:

*sintesis, karakterisasi, asam lemak hidroksammat, FHA, minyak dedak padi*

### ABSTRAK

Kompleks asam lemak hidroksammat (FHA) dengan beberapa ion logam telah digunakan dalam kimia analitik sebagai reagen untuk gravimetri, spektrofotometri logam, pengkhelet untuk mineral bumi yang langka dan untuk pengekstrak 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 mentah dedak padi. Minyak mentah dedak padi mengandung asam lemak dengan rantai sedang dan panjang sehingga memiliki potensi yang sangat besar sebagai bahan baku sintesis asam lemak hidroksammat. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mensintesis FHA dari minyak mentah dedak padi secara enzimatis dan karakterisasi produk FHA yang dihasilkan. Metode yang digunakan adalah metode enzimatis yang meliputi beberapa tahap pengerjaan yaitu tahap sintesis, tahap pemurnian dan tahap karakterisasi. Dari hasil penelitian, diperoleh persentase hasil sintesis asam lemak hidroksammat dari minyak mentah dedak padi setelah dilakukan perbanyakan dengan menggunakan kondisi sintesisnya adalah sekitar 52,37%. Jumlah gugus asam hidroksammat dalam 1 gram sampel kering asam lemak hidroksammat adalah 3,01 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 hidroksammat dari sampel FHA.

© 2022 SAINTEKES

\*Corresponding author email: [cinun.chemist@gmail.com](mailto:cinun.chemist@gmail.com)

## PENDAHULUAN

Salah satu metode sintesis FHA secara kimia dapat menggunakan 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. Sedangkan pada prosedur Chih, reaksi antara ester dengan hidrosilamin 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. Oleh sebab itu, penelitian sintesis asam lemak hidroksamat dari minyak mentah dedak padi ini dilakukan dengan cara enzimatis. Metode enzimatis memiliki kelebihan yaitu reaksinya spesifik, enansioselektif, tidak menyebabkan terdekomposisinya produk reaksi dan memudahkan dalam pemurnian.

Secara umum, asam lemak hidroksamat (FHA) dapat disintesis dari bahan baku asam lemak. Salah satu sumber asam lemak adalah minyak mentah dedak padi. Minyak mentah dedak padi mengandung asam lemak dengan rantai sedang dan panjang. Oleh sebab itu, minyak mentah dedak padi memiliki potensi yang sangat besar sebagai bahan baku sintesis FHA. Seperti diketahui, minyak mentah dedak padi tersedia melimpah di Indonesia dan menjadi komoditi ekspor Indonesia sehingga minyak mentah dedak padi memiliki potensi yang sangat besar sebagai bahan baku untuk sintesis asam lemak hidroksamat dengan rantai sedang dan panjang. Untuk itu pembuktiannya sangat perlu dilakukan penelitian tentang sintesis dan karakterisasi dari FHA dengan bahan baku dari minyak mentah dedak padi, dengan harapan nilai ekonomis dari minyak mentah dedak padi dapat meningkat.

## METODE PENELITIAN

### *Alat dan Bahan*

Adapun peralatan yang digunakan dalam penelitian, yaitu semua peralatan dasar dari gelas di laboratorium kimia, magnetic stirrer-pemanas, magnetic bar, shaker, pompa vakum, timbangan digital, statif-klem, pH

meter digital. Adapun bahan yang digunakan berderajat P.A (Pro Analyze) kecuali yang disebut khusus. Bahan tersebut adalah sebagai berikut: n-heksana, minyak mentah dedak padi, hidrosilamin hidroklorida, enzim Lipase, buffer asetat, NaOH, HCl, Aquades, pH universal Merck dan kertas saring Whatman.

### *Sintesis FHA*

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

FHA di sintesis berdasarkan metode enzimatis (Suhendra *et al.*, 2005). Reaksi pembuatan dilakukan dengan mereaksikan sejumlah 1,5 gram minyak mentah dedak padi yang dilarutkan dalam 15 mL n-heksana dengan 10 mmol 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-heksan, dipisahkan dari air dan lipase dengan filtrasi. Untuk mendapatkan FHA padat, fraksi n-heksana didinginkan dalam pendingin ( $< 5^{\circ}\text{C}$ ) selama 5 jam. Kemudian disaring dan dicuci dengan n-heksana beberapa kali dan dikeringkan dalam vaccum desicator yang berisi Fosfor pentoksida selama 24 jam.

### *Pemurnian*

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

## Karakterisasi

### a. Analisis kualitatif

Analisis kualitatif gugus asam hidrosamat 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 hidrosamat yang terbentuk dilakukan dengan mengukur spektrum FTIR dari minyak mentah dedak padi dan FHA dengan menggunakan pelet KBr. Gugus fungsi dari minyak mentah dedak padi dengan FHA kemudian dibandingkan sehingga diperoleh kemiripan gugus fungsi yang menandakan FHA telah berhasil disintesis dari minyak mentah dedak padi.

### b. Analisis Kuantitatif

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

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Sintesis Asam Lemak Hidrosamat (FHA)

Pada tahap sintesis ini, kedua substrat (minyak mentah dedak padi dan hidrosilamin) enzim lipase dilarutkan dalam pelarut yang berbeda yaitu minyak mentah dedak padi dilarutkan dalam n-heksan dengan perbandingan 1 : 10 (gram : mL), sedangkan hidrosilamin dilarutkan dalam air dengan perbandingan 1 : 1 (mmol : mL). Pemilihan n-heksan sebagai pelarut minyak mentah dedak padi didasarkan atas pertimbangan bahwa pelarut yang memberikan hasil yang terbaik untuk sintesis FHA dari minyak nabati adalah n-heksan (Suhendra *et al.*, 2005). Sedangkan pemilihan air untuk melarutkan hidrosilamin dipertimbangkan atas kemampuannya yang tinggi untuk melarutkan hidrosilamin.

Karena semakin tinggi kelarutan suatu zat maka kecepatan reaksi juga semakin cepat. Selain itu, penggunaan air sebagai pelarut hidrosilamin dipertimbangkan atas ketersediaannya yang melimpah, murah, tidak memberikan produk sampingan dan tentunya memudahkan untuk proses pemurnian produk yang diinginkan.

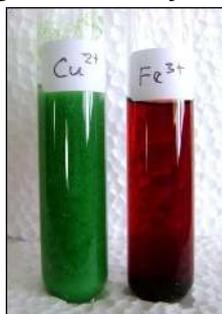
Berdasarkan hasil pengamatan, ketika semua reaktan dicampur dalam satu wadah terbentuk dua lapisan dimana lapisan atas merupakan lapisan n-heksan yang mengandung minyak dan lapisan bawah merupakan lapisan air yang mengandung hidrosilamin. Pembentukan dua lapisan ini disebabkan karena n-heksan tidak bisa bercampur dengan air (Liau *et al.*, 2008; Otto, 2000). Hal ini disebabkan oleh perbedaan kepolaran dari kedua pelarut substrat tersebut. N-heksan terletak di lapisan atas karena n-heksan memiliki massa jenis yang lebih kecil ( $\rho=0,66 \text{ gram/cm}^3$ ) daripada air ( $\rho=0,997 \text{ gram/cm}^3$ ) pada suhu 298 K (Tikhonov, 2010). Lipase sendiri merupakan katalis yang bersifat polar dan memiliki kelarutan yang tinggi dalam air. Namun, karena sudah berbentuk *immobilized lipase*, maka lipase menjadi tidak larut dan berada di antara lapisan n-heksan dan air.

Setelah proses reaksi selesai, didapatkan warna kedua pelarut menjadi keruh dimana pada lapisan air terbentuk warna keruh kecoklatan, sedangkan pada lapisan n-heksan 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-heksan disebabkan oleh terbentuknya produk baru yaitu, FHA yang larut dalam n-heksan. Apabila produk reaksi tersebut dibiarkan mendingin pada suhu kamar, maka pada lapisan n-heksan

akan terbentuk produk berwarna putih yang merupakan FHA. Pembentukan produk berwarna putih tersebut disebabkan oleh menurunnya kelarutan FHA dalam n-heksan yang disebabkan oleh turunnya temperatur pada sistem reaksi oleh proses pendinginan (Isha et al, 2007).

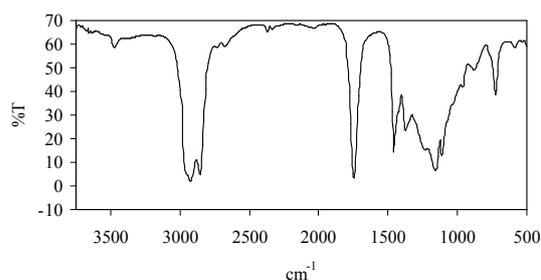
#### Karakterisasi Asam Lemak Hidroksamat

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.



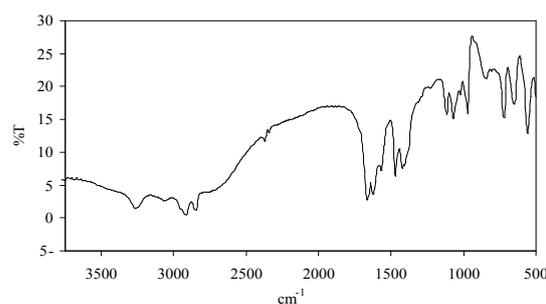
Gambar 1. Warna kompleks  $\text{Fe}^{3+}$  dan  $\text{Cu}^{2+}$  larutan metanolik FHA

Untuk karakterisasi lainnya telah dilakukan analisis FTIR dengan membandingkan spektrum FTIR pada minyak mentah dedak padi 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 mentah dedak padi.

Dari spektrum FTIR minyak mentah dedak padi 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 trigeliserida pada minyak mentah dedak padi 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  $2846-2916 \text{ cm}^{-1}$  (puncak tajam dan sedang) dan  $1024 \text{ cm}^{-1}$ . Dari dua analisis kualitatif diatas membuktikan bahwa terdapat gugus asam hidroksamat pada FHA yang di sintesis dari minyak mentah dedak padi.

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 4,22%. Ini berarti bahwa terdapat 3,01 mmol gugus asam hidroksamat dalam 1 gram sampel FHA kering hasil sintesis dari minyak mentah dedak padi.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan kajian pustaka yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa asam lemak hidroksamat dapat disintesis menggunakan bahan baku asam lemak yang terkandung dalam minyak mentah dedak padi. Setelah dilakukan pemurnian, diperoleh fasa berbentuk padat dan berwarna putih yang merupakan hasil akhir penelitian ini, yaitu asam lemak hidroksamat. Dari hasil penelitian, diperoleh persentase hasil sintesis asam lemak hidroksamat dari minyak mentah dedak padi dengan menggunakan perbandingan kondisi optimum sintesisnya adalah sekitar 52,37%. Jumlah gugus asam hidroksamat dalam 1 gram sampel kering asam lemak hidroksamat adalah 3,01 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.

## DAFTAR PUSTAKA

Blattner, C. 2005. *Biocatalysis using lipase immobilised in organogels in supercritical carbon dioxide*. Disertasi. University of Regensburg.

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.

Liauw, M.Y., Natan, F.A., Widiyanti, P., Ikasari, 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. *ARNP Journal of Engineering and Applied Sciences*. p:49-54.

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.

Tikhonov, A.M. 2010. The Critical Crossover at the n-Hexane–Water Interface. *Journal of Experimental and Theoretical Physics*. 110(6):1055-1057.