

**LAPORAN PENELITIAN**

**DOSEN MUDA**



**SINTESIS ASAM - O - (N-2-HIDROKSIL ETIL FORMAMIDA  
BENZOAT MELALUI AMIDASI ASAM FTALAT ANHIDRAT  
DENGAN ETANOLAMIN**

**OLEH:  
ROSLIANA LUBIS, Ssi, M.Si**

**FAKULTAS BIOLOGI  
UNIVERSITAS MEDAN AREA  
MEDAN  
2007**

Penelitian 07  
007



**LAPORAN PENELITIAN**

**DOSEN MUDA**



**SINTESIS'ASAM - O - (N-2-HIDROKSIL ETIL FORMAMIDA  
BENZOAT MELALUI AMIDASI ASAM FTALAT ANHIDRAT  
DENGAN ETANOLAMIN**

**OLEH:  
ROSLIANA LUBIS, Ssi, M.Si**

**FAKULTAS BIOLOGI  
UNIVERSITAS MEDAN AREA  
MEDAN  
2007**

93

## HALAMAN PENGESAHAN

### LAPORAN HASIL PENELITIAN

1. Judul Penelitian : Sintesis Asam –O- (N-2-Hidroksil Etil Formamida Benzoat Melalui Amidasi Asam Ftalat Anhidrat Dengan Etanolamin
2. Bidang Ilmu Penelitian : Kimia Organik
3. Jenis Penelitian : Penelitian Dosen Muda
4. Identitas Peneliti
- a. Nama Lengkap : Rosliana Lubis, Ssi, MSi
  - b. Jenis Kelamin : Perempuan
  - c. Jabatan : Staf pengajar
  - d. Fakultas/Jurusan : Biologi
  - e. Alamat : Jln. Kolam No. 1 Medan Estate, Medan 20223
  - f. Telepon/Fax/e-mail : (061) 7366878/(061)7360168
  - g. Alamat Rumah : Jln. Perintis Kemerdekaan no. 357 Binjai, 20747
  - h. HP/Fax/e-mail : 08126371451, Rossie\_manise@yahoo.com
5. Jumlah Peneliti : 1 orang
6. Lokasi Penelitian : Lab. Kimia Organik Universitas Sumatera Utara dan  
Lab. Lembaga Penelitian
7. Lama Penelitian : 6 bulan.
6. Jumlah Biaya Diusulkan : Rp.15.000.000 (Lima Belas Juta Rupiah)



Medan, 20 Februari 2007

Mengetahui,  
Dekan Fakultas Biologi

Ir. E.H. Kardhinata, MSc.

Ketua Peneliti

Rosliana Lubis, SSI, MSi

Menyetujui,  
Ketua Lembaga Penelitian

Ir. Roeswandy



# SINTESIS ASAM-O-(N-2-HIDROKSIL ETIL FORMAMIDA) BENZOAT MELALUI AMIDASI ASAM FTALAT ANHIDRAT DENGAN ETANOLAMIN

ROSLIANA LUBIS, Ssi, MSi

DOSEN FAKULTAS BIOLOGI UNIVERSITAS MEDAN AREA

Jln. Kolam No.1 Medan Estate

Telp. (061) 7366878 Fax (061) 7366998 Medan 20223

## ABSTRACT

The compound of amide acid O-(N-2-hydroksi ethyl formamide) benzoic can be derivated through amidation of phtalat acid anhidrate with ethanolamine.

The formation of amide compound is made by pre-melting phatalat anhidrate acid, and then it is amidated directly with ethanolamine at 170 – 180°C. The compound gained is then tested by thin layer chromatography and furthermore by coloumn chromatography purification with eluen methanol : petroleum ether 9 : 1 (v/v). The result of amidation reaction has a melting point of 123 -125°C, and reaction ratio is 61,33%.

The analysis result of the synthesis product above was confirmed by FT-IR and H<sup>1</sup>-NMR spectrum and then by titration method result HLB Value 13,45, which could be used as an emulsifier for w/o dispersion.

## ABSTRAK

Senyawa amida asam O-(N-2-hidroksi etil formamida) benzoat dapat diperoleh melalui amidasi asam ftalat anhidrat dengan etanolamin.

Pembentukan senyawa amida tersebut terlebih dahulu dilakukan peleburan terhadap asam ftalat anhidrat, selanjutnya diamidasi langsung dengan etanolamin pada suhu 170 – 180°C selama 5 jam. Kemudian senyawa yang diperoleh dianalisis melalui pemeriksaan secara kromatografi lapis tipis dan dilanjutkan pemurnian melalui kromatografi kolom dengan eluen methanol : Petroleum eter 9 : 1 (v/v). Hasil reaksi amidasi memiliki titik lebur 123 – 125°C serta rendemen reaksi diperoleh sebesar 61,33%.

Hasil amidasi dari produk sintesis diatas didukung oleh spektrum FT-IR dan H<sup>1</sup>-NMR dan selanjutnya menggunakan metode titrasi diperoleh nilai HLB 13,45, yang dapat digunakan sebagai bahan pengemulsi untuk sisitem dispersi w/o.



## 1. PENDAHULUAN

Senyawa amida memiliki kegunaan yang cukup luas, beberapa diantaranya amida asam lemak sebagai bahan surfaktan, pelumas pada proses pembuatan resin dan pemantap lateks (Brahmana, 1993). Alkanol amida juga dapat digunakan sebagai bahan kosmetika, detergen, pelunak textil, dan penghambat korosi (Maag, 1984). Sulfoamida dapat digunakan sebagai obat-obatan untuk mengobati bermacam-macam penyakit infeksi antara lain disentir baksiler yang akut (Nuraini, 1988). Demikian juga untuk turunan amida asam benzoat seperti N-(Piridil-2-metil-2-hidroksi) amida asam benzoat yang banyak digunakan sebagai anti bakteri dan anti tuberkolosis (Mayer, dkk, 1997).

Beberapa peneliti terdahulu telah berhasil membuat senyawa amida yaitu melalui amidasi antara n-dodekanoil florida dengan trietilamin menghasilkan senyawa tris-(2-amino etil) amina yang berguna sebagai surfaktan (Yoshimura dan Yoshida, 2003). Demikian juga amidasi antara 2-amino-pentanoat (asam glutamat) terhadap ester asam lemak yang menghasilkan steroil glutamida yang berguna sebagai surfaktan dan anti bakteri (Silvasamy, dkk, 2001). Juga telah dilakukan melalui reaksi asil florida yaitu lauril florida dengan glukosamin membentuk N-lauroyl glukosamida (Ronald, 2004).

Alkanol amida di, tetra dan heksa hidroksi oktadekanoat sebagai bahan surfaktan (Tarigan, 2006). Cara amidasi lainnya yang telah dilakukan melalui amidasi langsung antara 1,9-nonanadiamin dengan asam laktat menghasilkan 1,9-dilaktosil nonanadiamin yang berdaya guna sebagai surfaktan (Budijanto, 2002). Demikian juga amidasi langsung antara asam azelat dengan asam glutamat untuk menghasilkan 1,9-nonanadiol glutamida yang dapat digunakan sebagai surfaktan dan antimikroba (Lismawaty, 2004).

Untuk sintesis senyawa-senyawa amida tersebut dapat dilakukan dengan beberapa cara antara lain pirolisis garam amonium, hidrolisis parsial dari nitril, pengasilan amoniak dengan asil florida, ester atau asam anhidrat (Solomons, 1988). Asam ftalat anhidrat disamping mempunyai cincin aromatik yang memiliki ikatan  $\pi$  dimana akan dapat mengikat logam-logam sebagai ligan, juga memiliki gugus fungsi asil sebagai anhidrat yang dapat dilakukan reaksi amidasi.

Dalam hubungan ini peneliti ingin mensintesis asam O-(N-2-hidroksil etil formamida) benzoat melalui amidasi langsung asam ftalat anhidrat dengan etanolamin sehingga diharapkan merupakan pilihan lain sebagai suatu bahan surfaktan dan sebagai anti mikroba.

## **2. METODE PENELITIAN**

### **2.1. Alat dan Bahan**

Peralatan yang digunakan adalah : neraca analitik, pengaduk magnet, hot plate, oven, rotari evaporator, plat KLT, dan alat-alat gelas lainnya seperti Beaker glass, labu erlenmeyer, gelas ukur, tabung reaksi, spatula, magnetik stirer serta alat destilasi vacum disesuaikan dengan model Aldrich dan dimodifikasi sesuai dengan kebutuhan. Analisis FT-IR dan  $H^1$ -NMR dilakukan dilaboratorium Kimia Organik FMIPA universitas Gajah Mada Yogyakarta.

Bahan kimia yang digunakan adalah berderajat pro analis (p.a) buatan E-Merk seperti : asam ftalat anhidrat, etanol amin, metanol, n-heksan, petroleum eter, kalsium klorida anhidrat, silika gel G 60, silika gel 40 H, iodium.

### **2.2. Prosedur Penelitian**

#### **2.2.1. Amidasi Asam ftalat anhidrat dengan etanolamin.**

Sebanyak 0,05 mol (7,51 g) asam ftalat anhidrat dimasukkan kedalam labu bulat leher tiga yang dilengkapi dengan pengaduk magnet, pendingin bola, tabung  $CaCl_2$  anhidrus dan 2 g molekuler shieves, kemudian dipanaskan sampai melebur, lalu ditambahkan 65 ml etanolamin, campuran reaksi diaduk dan dipanaskan pada suhu  $170 - 180^{\circ}C$  selama 5 jam, kelebihan etanolamin dipisahkan dengan menggunakan destilasi penurunan tekanan. Hasil reaksi yang diperoleh selanjutnya dianalisis melalui kromatografi lapis tipis dengan adsorben silika gel G 60 dengan Developer metanol : petroleum eter 9 : 1 (v/v), noda-noda yang timbul pada plat KLT setelah dielusi, kemudian difiksasi dengan uap iodine dan ditentukan harga  $R_f$ -nya, selanjutnya dimurnikan dengan menggunakan kromatografi kolom dengan eluen metanol : petroleum eter, 9 : 1 (v/v), residu yang diperoleh dianalisis dengan spektroskopi FT-IR dan  $H^1$ -NMR serta diuji titik lebur dan harga HLB-nya.

#### **2.2.2. Penentuan Nilai HLB Melalui Metode Titration**

##### **2.2.2.1. Penentuan Bilangan Penyabunan**

Sebanyak 0,1 g asam O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat ditimbang dan dimasukkan kedalam gelas erlenmeyer volume 150 ml, kemudian ditambahkan sebanyak 20 ml KOH 0,1 N, lalu ditutup dengan plastik, selanjutnya dididihkan sampai O-(N-2-Hidroksi etil formamida) larut. Setelah didinginkan kemudian dititrasi dengan HCl 0,5 N, dan dititrasi dengan penambahan indikator fenolftalein hingga warna merah lembayungnya hilang, kemudian dicatat volume HCl yang digunakan.



### 2.2.2.2. Penentuan Bilangan Asam

Sebanyak 0,1 g O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat ditimbang dan dimasukkan kedalam gelas erlenmeyer volume 150 ml, kemudian ditambahkan 50 ml alkohol netral 95% lalu ditutup dengan plastik. Selanjutnya dipanaskan selama 10 menit sambil diaduk. Setelah didinginkan kemudian dititrasikan dengan KOH 0,0463 N menggunakan indikator fenolftalein sampai tepat warna merah jambu, lalu dicatat volume larutan KOH.

## 3. Hasil Penelitian dan Pembahasan.

### 3.1 Hasil Penelitian

Pembuatan senyawa O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat dilakukan melalui reaksi amidasi asam ftalat anhidrat dengan etanolamin dari sebanyak 0,05 mol (7,51 g) asam ftalat anhidrat yang digunakan diperoleh hasil sebanyak 8,17 g (61,33%). Nilai HLB hasil sintesis berkisar 13,66.

Hasil analisis spektroskopi FT-IR dari O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat memberikan spektrum dengan puncak-puncak vibrasi serapan pada daerah bilangan gelombang : 3287, 3085, 2931, 2869, 1643, 1550, 1443, 1311 dan 1072  $\text{cm}^{-1}$ . Selanjutnya hasil analisis spektroskopi  $\text{H}^1$ -NMR memberikan puncak sepektrum sebanyak 5 lingkungan proton yang terdapat pada daerah pergeseran kimia ( $\delta$ ) : 2,0 ppm, 3,1 ppm, 3,7 ppm, 7,5 ppm dan 10,9 ppm.

Hasil penentuan bilangan penyabunan dan bilangan asam secara titrasi untuk penentuan nilai harga HLB dari hasil sintesis adalah seperti yang tertera pada tabel 1 dan tabel 2 dibawah ini :

*Tabel 1. Hasil penentuan bilangan penyabunan*

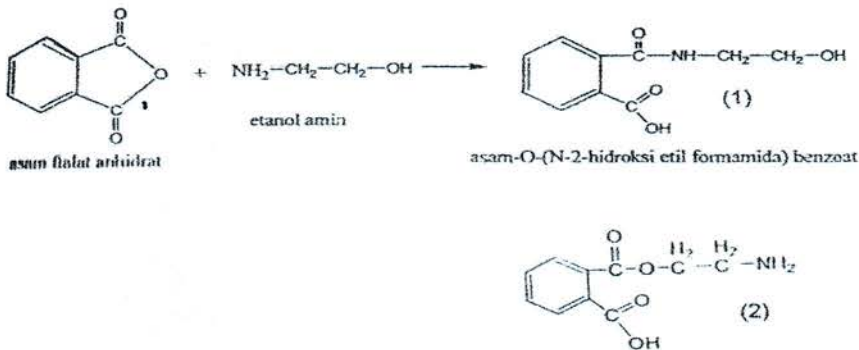
No	Uraian	Berat sampel (g)	Vol. Titrasi (ml) 0,5 N HCl	Bilangan penyabunan
1	Blanko	-	24,4 24,2 24,4 24,6	-
2	Sampel	1,0836 1,1012 1,0836 1,0845	24,1 24,4 24,1 24,2	7,80

Tabel 2. Hasil penentuan bilangan asam

Uraian	Berat sampel (g)	Vol. Titrasi (ml) 0,1 N KOH	Bilangan asam
Sampel	0,3127	1,300	24,63
	0,2399    0,3127	1,289    1,300	
	0,3021	1,324	

### 3.2. Pembahasan

Amidasi asam ftalat anhidrat dengan etanolamin dapat menghasilkan senyawa O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat berdasarkan prinsip HSAB (Hard Soft Acid Base), dimana  $H^+$  dari gugus  $NH_2$  pada etanolamin merupakan asam keras (hard acid) yang lebih suka berikatan dengan  $COO^-$  dari asam ftalat yang merupakan basa kuat (hard base) membentuk  $COOH$  dan gugus  $-NH^+$  dari gugus  $NH_2$  pada etanolamin merupakan basa lemah (Soft base) yang berikatan dengan gugus asil ftalat yang merupakan asam lemah (soft acid) membentuk O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



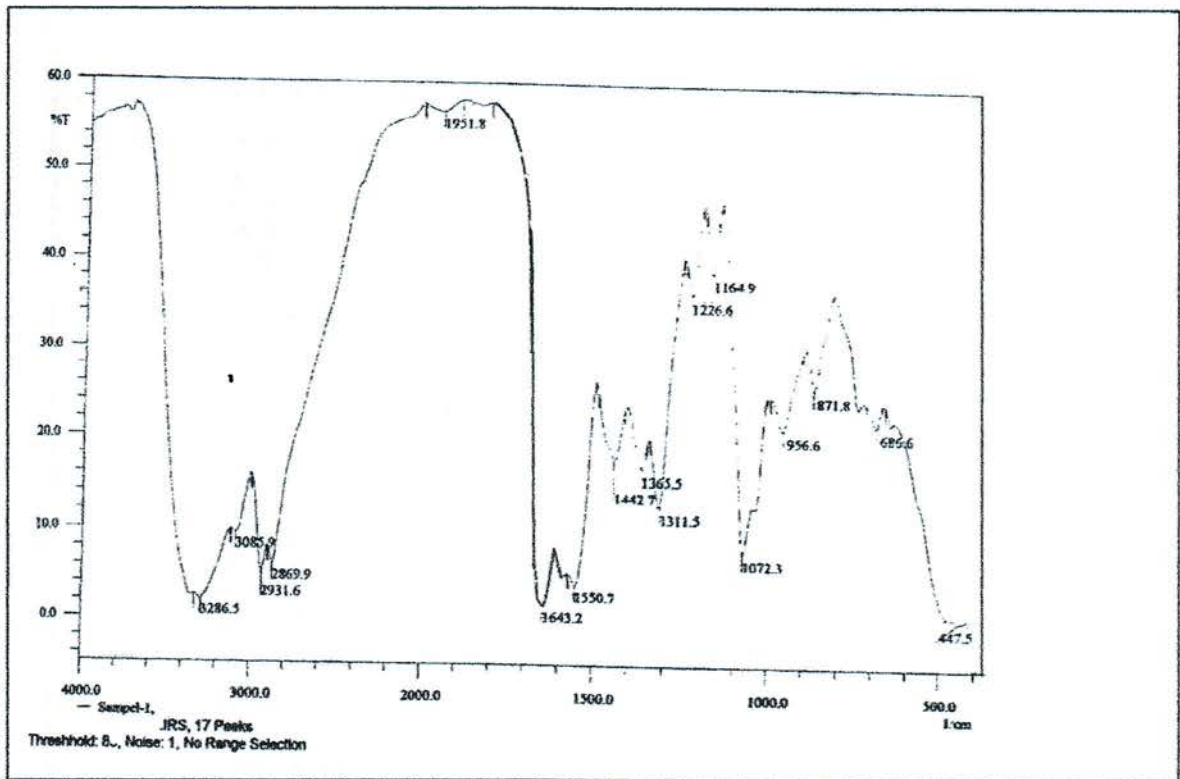
Dari hasil reaksi sintesis senyawa O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat yang diperoleh dilakukan pemurnian dengan kromatografi kolom menggunakan pelarut campuran metanol : petroleum eter = 9 : 1 (v/v). Selanjutnya kristal yang diperoleh dilakukan pemeriksaan secara analisis spektroskopi infra merah (IR). Spektrum yang dihasilkan memberikan puncak-puncak vibrasi pada daerah bilangan gelombang  $3284\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi gugus OH dari alkohol dan gugus OH dari asam karboksilat yang diperkuat dengan puncak serapan pada bilangan gelombang  $1072\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya stretching dari C-O dari alkohol, dan



puncak serapan pada bilangan gelombang  $1341,5 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan untuk gugus C=O dari asam karboksilat.

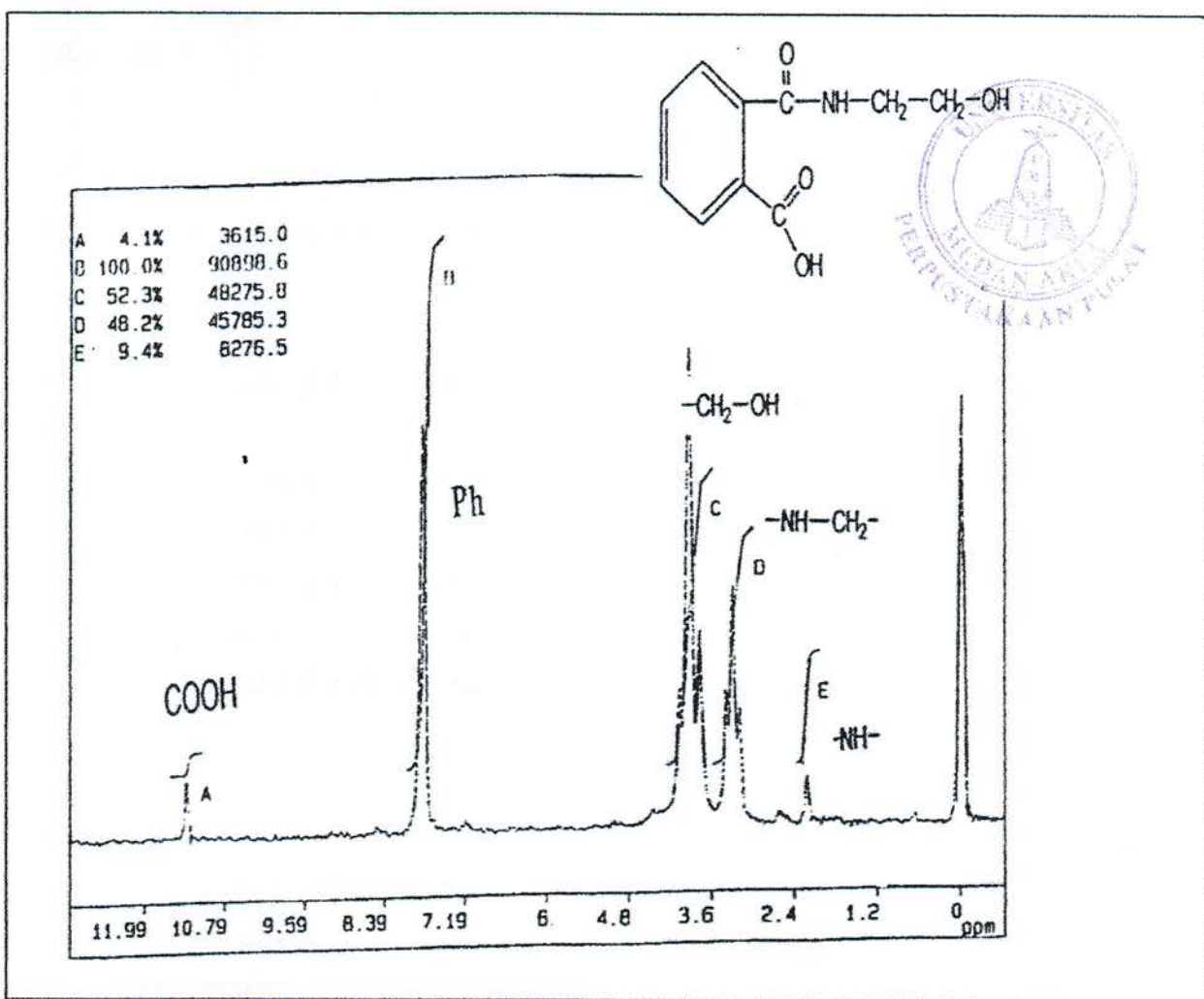
Bilangan gelombang pada daerah  $1550,7 \text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan untuk -NH dari gugus amida dan puncak serapan pada daerah bilangan gelombang  $1643,2 \text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan untuk C-O amida sedangkan puncak serapan pada daerah bilangan gelombang  $1226,6 - 1164,9 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan karakteristik vibrasi dari ikatan C-N.

Kemudian bilangan gelombang pada  $2931,6 \text{ cm}^{-1} - 2869,9 \text{ cm}^{-1}$  adalah vibrasi stretching dari C-H  $\text{sp}^3$  pada hidrokarbon yang didukung dengan adanya serapan pada daerah bilangan gelombang  $1442,7-1311,5 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi blending dari C-H  $\text{sp}^2$  sedangkan puncak serapan pada daerah bilangan gelombang  $1226,6 - 1164,9 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan karakteristik vibrasi dari ikatan C-N. Adapun spektrum infra merah (IR) dari senyawa O-(N-2-Hidroksi etil formamida) ditunjukkan pada gambar 1 dibawah ini :



Gambar 1 : Spektrum FT-IR dari senyawa O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat

Hasil analisis spektroskopi  $^1\text{H-NMR}$  memberikan puncak spektrum dengan 5 lingkungan proton pada daerah pergeseran kimia ( $\delta$ ) = 2,0 ppm (s, 1H) menunjukkan satu buah proton yang terikat pada gugus NH amida, pada daerah pergeseran kimia ( $\delta$ ) 3,1 ppm (t, 2H) menunjukkan adanya 2 buah proton yang terikat pada gugus  $\text{CH}_2\text{-NH}$ , pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 3,7 ppm (t, 2H) menunjukkan 2 buah proton yang terikat pada gugus  $\text{CH}_2\text{-OH}$ , pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 7,5 ppm (s, 4H) menunjukkan adanya 4 buah proton yang terikat pada gugus CH aromatis dan pada pergeseran kimia ( $\delta$ ) 10,9 ppm menunjukkan 1 buah proton OH dari karboksilat. Selanjutnya pergeseran kimia dari OH alkohol tidak tampak, hal ini disebabkan adanya Exchange proton. Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  dari senyawa O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat tertera pada gambar 2 dibawah ini :



(Gambar 2 : Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  dari senyawa O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat



Penentuan nilai HLB melalui penentuan bilangan penyabunan dan bilangan asam dari tabel 1 dan tabel menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$\text{Bil Penyabunan (P)} = \left( \frac{(V.\text{blanko} - V.\text{titrasi}) \times \text{NHCl} \times \text{BM KOH}}{\text{berat sampel}} \right)$$

$$\text{Bil .asam (A)} = \left( \frac{(\text{Volume KOH} \times \text{N KOH} \times \text{BM KOH})}{\text{berat sampel}} \right)$$

Selanjutnya dengan menggunakan rumus :

$$\text{HLB} = 20 \left[ 1 - \frac{P}{A} \right]$$

Diperoleh nilai HLB O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat adalah 13,66% yang dapat digunakan sebagai bahan surfaktan untuk sistim dispersi w/o.

#### 4. KESIMPULAN DAN SARAN

##### 4.1. Kesimpulan

1. senyawa asam O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat dapat dihasilkan melalui reaksi amidasi antara asam ftalat anhidrat dengan etanolamin tanpa menggunakan pelarut dan bantuan katalis dengan rendemen 61,33%.
2. Senyawa O-(N-2-Hidroksi etil formamida) Benzoat yang diperoleh berdasarkan penentuan harga HLB dapat digunakan sebagai bahan surfaktan untuk sistem dispersi w/o.

##### 4.2. Saran

Disarankan bagi peneliti berikutnya melalukukan amidasi antara asam ftalat dengan etanolamin lain yang bermanfaat dalam pengembangan reaksi amidasi dalam bidang farmasi. Selanjutnya apabila metode sintesis ini ingin diterapkan dalam skala industri perlu dilakukan penelitian untuk mencari kondisi optimal seperti halnya pengaruh berbagai perubahan variable-variabel yang terkait dalam proses tersebut

## DAFTAR PUSTAKA

- Brahmana, H.R., dkk, (1993), **“Sintesis Ester Sukrosa Asam Lemak dari Beberapa Minyak yang dapat dimakan sebagai Pengemulsi Dalam Bahan Makanan dan Kosmetik”**, Lembaga Penelitian USU, Medan
- Budijanto, (2002), **“Sintesis Senyawa Surfaktan 1,9 – Dilaktosil Nonanadiamin Melalui Reaksi Amidasi Antara Asam Laktat dengan 1,9 – Nonanadiamin yang diturunkan dari asam Oleat”**, Thesis Program Pasca Sarjana USU, Medan
- Lismawaty, T, (2004), **“Sintesis 1,9 – Nonanadioil Glutamida dari Turunan Asam Azelat dengan Asam Glutamat”**, Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA USU, Medan.
- Maag, H., (1984), **“Organic Chemistry”**, Addison Wesley Publishing company Inc, USA.
- Mayer,LH., Heinrich and Chim, H.J., (1997), **“Benzoic Acid Amides for Mycobacterium Infections”**, Patent Review 4006239.
- Nuraini,W., (1998), **“Obat-obatan”**, Cetakan kesepuluh, Kanisius, Semarang.
- Ronald,Y., (2004), **“Sintesis N-Lauryl Glukosamida Melalui Reaksi Amidasi Antara Glukosamin dengan Lauryl Klorida”**, Skripsi Jurusan Kimia FMIPA USU, Medan.
- Solomons,T.W.G., (1988), **“Organic Chemistry”**, John Willey and Sons, New York.
- Tarigan,D.,(2006), **“Transformasi Asam Lemak Tak Jenuh Minyak Kemiri Menjadi Surfaktan Alkoanol Amida di, tetra dan heksa Hitroksi Okta Dekanoat”**, Disertasi Sekolah Pasca Sarjana USU, Medan.
- Yoshimura,T.H. and Yoshida, (2003), **“Physico Chemical Properties of Quaternary ammonium Bromide Type Trimeric Surfactants”**, J. Colloid Interface Sci, 267, 167