

## PENGARUH BEBERAPA PERUBAHAN PARAMETER PADA SINTESIS ASAM OLEAT-<sup>131</sup>I

Said Adam, Toto Sentot, Syahdan, Rukman  
Pusat Penelitian Teknik Nuklir - Badan Tenaga Atom Nasional

### ABSTRAK

PENGARUH BEBERAPA PERUBAHAN PARAMETER PADA SINTESIS ASAM OLEAT-<sup>131</sup>I. Asam oleat-<sup>131</sup>I dapat digunakan sebagai perunut dalam bidang kedokteran dan pertambangan minyak. Dua metode sintesis asam oleat-<sup>131</sup>I telah dipelajari. Metode pertama menggunakan pelarut eter dan sistem pengeringan terbuka di udara, sedangkan metode kedua menggunakan pelarut karbontetraklorida dan sistem pengeringan vakum. Pada kedua metode tersebut telah dipelajari pengaruh jumlah pelarut, pengemban dan substitusi garam kalium dengan natrium. Diperoleh kesimpulan, bahwa jumlah pelarut dan pengemban mempengaruhi hasil, sintesis tetapi hal ini tidak berpengaruh untuk substitusi garam kalium dengan natrium. Kesimpulannya, kedua metode akan memberikan hasil maksimal selama kondisi optimalnya dijaga.

### ABSTRACT

THE EFFECT OF SEVERAL PARAMETERS CHANGE ON THE SYNTHESIS OF OLEIC ACID-<sup>131</sup>I. Oleic acid-<sup>131</sup>I can be used as a tracer for medical and oil mining purposes. Two kinds of oleic acid-<sup>131</sup>I synthesis methods have been studied. In the first method ether is used as the solvent followed by on air open drying system, while in the second one carbon-tetrachloride is used instead of ether and followed by vacuum distillation drying. In both methods, the effects of solvent quantity, carrier and the substitution of potassium salt by sodium salt have been studied. The result indicates that the yield was influenced by solvent quantity and the carrier, but not by the substitution of potassium salt by sodium salt. The conclusion is that both methods will give maximum yield as long as optimal conditions are maintained.

### PENDAHULUAN

Asam oleat-<sup>131</sup>I merupakan senyawa bertanda yang dapat digunakan sebagai perunut dalam bidang kedokteran untuk mempelajari absorpsi lemak dalam tubuh manusia [1], dan dalam bidang pertambangan minyak, untuk mengevaluasi kapasitas produksi suatu sumbu bor [3,5]. Sintesis senyawa bertanda ini dilakukan melalui reaksi adisi pada ikatan rangkap dua dengan radioisotop iodium. Reaksi adisi menggunakan I<sub>2</sub> menghasilkan asam oleat-<sup>131</sup>I yang kurang stabil karena mudah membebaskan kembali iodidanya. Oleh sebab itu digunakan senyawa antara iodomonoklorida [3,5].

Metode sintesis melalui senyawa antara iodomonoklorida ini mengalami berbagai pengembangan, dengan tujuan untuk mempertahankan metode yang ada, agar didapat kondisi optimalnya.

Dalam penelitian ini akan dipelajari metode sintesis melalui senyawa antara iodomonoklorida,

serta pengaruh macam dan jumlah pelarut, pengemban dan substitusi garam kalium dengan natrium.

### BAHAN DAN TATAKERJA

#### Bahan dan peralatan.

Bahan yang digunakan yakni larutan Na<sup>131</sup>I buatan PPTN-BATAN, NaI, NaIO<sub>3</sub>, KI, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>, HCl, eter (C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O), CCl<sub>4</sub> semuanya buatan E. Merck dan asam oleat buatan Fluka. Peralatan yang digunakan yakni, seperangkat destilasi vakum, seperangkat kromatografi kertas, Deluxe Isotope Calibrator II buatan NAD Victoreen Inc. spektrofotometer  $\gamma$  saluran tunggal ORTEC.

#### Pembuatan larutan iodomonoklorida-<sup>131</sup>I

2 ml larutan 0,1 M KIO<sub>3</sub> dan 4 ml larutan 0,1 M KI dimasukkan ke dalam erlemeyer 150 ml, kemudian ditambah sejumlah larutan Na<sup>131</sup>I bebas pengemban, diencerkan sampai 25 ml dengan HCl pekat ditambahkan tetes demi

tetes sambil diaduk dengan pengaduk magnetik sampai larutan berwarna kuning. Iodiumnya diekstraksi dengan 2x10 ml  $\text{CCl}_4$  [3,5].

#### Penandaan asam oleat

##### Metode I

Tiga ml asam oleat diencerkan dengan 9 ml eter ( $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$ ) dan larutan iodonoklorida- $^{131}\text{I}$  ditambahkan tetes demi tetes sambil diaduk. Sesudah tetesan terakhir, pengadukannya dilanjutkan 15 menit lagi (1). Larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu pemisah, untuk memisahkan lapisan organik, dan selanjutnya lapisan organik ini dicuci tiga kali dengan 10 ml larutan 0,1 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan terakhir dengan air suling, dikeringkan dengan natrium sulfat anhidrat. Sesudah proses pengeringan, larutan asam oleat bertanda dipisahkan dan eter diuapkan.

##### Metode II

Tiga ml asam oleat diencerkan dengan 6 ml  $\text{CCl}_4$ , ditambahkan larutan iodonoklorida- $^{131}\text{I}$  tetes demi tetes sambil diaduk. Sesudah tetesan terakhir, dilanjutkan pengadukannya selama 15 menit lagi (5). Larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu pemisah untuk memisahkan lapisan organik dan kemudian lapisan organik tersebut dicuci dengan 3x10 ml larutan 1 mg/ml  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , terakhir dicuci dengan air suling. Larutan dikeringkan dengan natrium sulfat anhidrat dan setelah dipisahkan dari bahan pengeringnya, pelarut  $\text{CCl}_4$  dikeluarkan dengan destilasi vakum pada suhu  $50^\circ\text{C}$  dan tekanan 45-50 cmHg [3]. Aktivitas asam oleat- $^{131}\text{I}$  diukur dengan Deluxe Isotope Calibrator.

#### Substitusi garam kalium dengan garam natrium

Garam kalium iodida dan kalium iodat, diganti dengan natrium iodida dan natrium iodat dengan molaritas yang sama. Selanjutnya percobaan dilakukan.

#### Pengaruh pelarut

Dilakukan percobaan dengan mengubah jumlah pelarut yaitu dari 9 ml pelarut eter menjadi 6 ml dan 12 ml, sedangkan untuk pelarut  $\text{CCl}_4$  dari 6 ml menjadi 4 ml dan 8 ml.

#### Pengaruh pengemban

Pada pembuatan larutan iodonoklorida- $^{131}\text{I}$ , volume larutan 0,1 M KI dan 0,1 M NaI diubah dari 4 ml menjadi 6 ml, selanjutnya dilakukan percobaan menurut kedua metode di atas.

#### Penentuan kemurnian radiokimia asam oleat- $^{131}\text{I}$

Kemurnian radiokimia asam oleat- $^{131}\text{I}$  ditentukan dengan kromatografi kertas menggunakan eluen 0,02 M amonium sitrat. Setelah dielusi kertas dikeringkan, dipotong-potong satu cm dan masing-masing potongan dicacah dengan pencacah  $\gamma$  saluran tunggal. Kestabilan asam oleat- $^{131}\text{I}$  dilihat dari kemurniannya untuk selang waktu tertentu yaitu 1 hari, 7 hari dan 14 hari.

#### Penentuan efisiensi penandaan

Efisiensi penandaan ditentukan dengan membandingkan aktivitas asam oleat- $^{131}\text{I}$  dengan aktivitas  $\text{Na}^{131}\text{I}$  asal.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil yang diperoleh tertuang dalam Tabel 1 sampai dengan 3.

#### Pembahasan

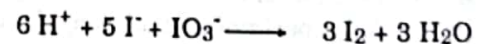
Dari hasil yang diperoleh, beberapa hal dapat dibahas berikut ini. Sintesis asam oleat- $^{131}\text{I}$  melalui reaksi berikut (1):



Selanjutnya asam oleat bereaksi dengan  $^{131}\text{I}$ .

Pada reaksi pembuatan senyawa ICl perbandingan jumlah ion  $\text{IO}_3^-$  dengan  $\text{I}^-$  untuk molaritas yang sama adalah 1:2.

Kelebihan pengemban  $\text{I}^-$  yang terlihat pada percobaan 6 dan 13 (Tabel 1) akan memperkecil hasil yang didapat. Hal ini terjadi karena kelebihan  $\text{I}^-$  menyebabkan pembentukan  $\text{I}_2$  berdasarkan reaksi berikut (5).



Sehingga jumlah iodium yang diperlukan untuk pembuatan ICl menjadi berkurang.

Substitusi komponen pereaksi KI dengan NaI dan  $\text{KIO}_3$  dengan  $\text{NaIO}_3$  kelihatannya tidak mempengaruhi hasil reaksi (Tabel 1). Hal ini disebabkan sifat kimia kedua atom tersebut hampir sama.

Pada reaksi penandaan asam oleat dengan  $^{131}\text{I}$ , volume pelarut yang digunakan harus sesuai. Menurut beberapa kepustakaan perbandingan volume asam oleat dengan eter yang optimal adalah 1:3, sedangkan untuk pelarut  $\text{CCl}_4$  adalah 1:2.

Pengecilan volume pelarut terlihat pada percobaan 5 dan 9 (Tabel 1), menurunkan hasil

Tabel 1. Hasil sintesis asam oleat-<sup>131</sup>I

No	Asam oleat (ml)	Jenis pelarut	Volume (ml)	Volume pereaksi				Efisiensi penandaan (%)
				KIO <sub>3</sub> 0,1 M	NaIO <sub>3</sub> 0,1 M	KI 0,1 M	NaI 0,1 M	
1	3	eter	9	2	-	4	-	82,8 ± 1,2
2	3	eter	9	2	-	-	4	83,1 ± 0,7
3	3	eter	9	-	2	-	4	82,9 ± 2,1
4	3	eter	12	-	2	-	4	78,1 ± 0,5
5	3	eter	6	-	2	-	4	69,5 ± 0,5
6	3	eter	9	2	-	6	-	72,9 ± 0,3
7	3	CCl <sub>4</sub>	6	2	-	4	-	83,2 ± 0,8
8	3	CCl <sub>4</sub>	6	2	-	-	4	83,0 ± 0,3
9	3	CCl <sub>4</sub>	4	2	-	4	-	68,0 ± 0,3
10	3	CCl <sub>4</sub>	6	-	2	4	-	83,1 ± 0,7
11	3	CCl <sub>4</sub>	8	2	-	4	-	80,8 ± 0,4
12	3	CCl <sub>4</sub>	6	-	2	4	-	81,3 ± 0,4
13	3	CCl <sub>4</sub>	6	2	-	-	6	72,3 ± 0,4

Tabel 2. Kemurnian sediaan Na<sup>131</sup>I yang digunakan

Batch No.	<sup>131</sup> I <sup>-</sup> (%)	<sup>131</sup> IO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	<sup>131</sup> IO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	Kadar Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> (mmol)
924	99,93	0,03	0,04	0,0041
925	99,98	0,01	0,01	0,0036
930	99,93	0,04	0,03	0,0031
935	99,94	0,04	0,02	0,0049
940	99,91	0,05	0,04	0,0048
949	99,98	0,01	0,01	0,0048
951	99,46	0,48	0,06	0,0037
957	99,42	0,33	0,25	0,0048
970	99,71	0,09	0,20	0,0033
979	99,54	0,46	0,01	0,0018
984	99,98	0,01	0,01	0,0048

Tabel 3. Kestabilan asam oleat-<sup>131</sup>I

No. cuplikan	Lama penyimpanan dan % asam oleat		
	1 hari	7 hari	14 hari
1.	98,2	98,3	98,4
2.	98,5	98,3	98,4
3.	98,7	98,3	98,5
4.	98,5	98,6	98,5
5.	98,5	98,9	98,6
6.	98,3	98,4	98,3
7.	98,7	98,7	98,6

penandaan, hal ini disebabkan berkurangnya ruang gerak/kesempatan bereaksi molekul asam oleat dengan iodium. Sedangkan pada pembesaran volume pelarut yang terlihat pada percobaan 4 dan 11 (Tabel 1), hasilnya tetap atau ada kecenderungan mengecil. Hal ini menunjukkan, penambahan volume pelarut tidak menambah efektivitas penandaan berarti sudah mencapai titik jenuh/optimal. Dengan kata lain, kondisi perbandingan antara asam oleat dan eter yang paling tepat adalah 1:3, sedangkan dengan  $\text{CCl}_4$  adalah 1:2.

Metode sintesis yang menggunakan pelarut  $\text{CCl}_4$  menggunakan sistem pengering vakum, hal ini dimaksudkan untuk mencegah terlepasnya  $^{131}\text{I}$  dari asam oleat setelah penandaan. Titik didih  $\text{CCl}_4$   $76^\circ\text{C}$ , sedangkan

temperatur  $50^\circ\text{C}$  dapat melepaskan iodium [2,3]. Pada penggunaan pelarut eter sistem pengeringan cukup dengan cara terbuka di udara karena titik didihnya  $36^\circ\text{C}$ . Kelihatan kedua metode tersebut memberikan hasil yang sama hanya tekniknya yang berbeda.

Kestabilan asam oleat- $^{131}\text{I}$  untuk masa penyimpanan sampai 14 hari masih tetap bertahan (Tabel 3) sehingga sangat cocok untuk penggunaan di lapangan.

#### KESIMPULAN

Metode sintesis asam oleat- $^{131}\text{I}$  melalui senyawa antara iodonoklorida merupakan metode yang handal, meskipun komponen pereaksi sejenisnya disubstitusi selama kondisi optimalnya dijaga akan memberikan hasil maksimal.

#### DAFTAR PUSTAKA

1. IAEA, Radioisotope production and quality control, Technical Report, Series No. 128, IAEA, Vienna (1971)
2. Mani, R.S. *Curr. Sci.*, 39 (1966), 401.
3. Nair, V.C., Procedures finalised for the preparation of radioisotopes labeled compounds at Research Centre for Nuclear Techniques (PPTN), Bandung, Indonesia-BARC India (IAEA Project No. Ras/86/073-11, 16-Ras/8/016-1116).
4. Partington, J.R. *A Text Book of Inorganic Chemistry* 6<sup>th</sup> ed, The English Language Book Society, London (1965).
5. Rao, S.M., Majali, A.B., Deshpande, R.G., Murthy, *Industrial Application of Radioisotope and Radiation*, Wiley Eastern Ltd., New Delhi, Bombay C.M.H. (1986).
6. Sunarhadijoso, Wayan, R.S., Radioiodinasi lemak dan asam lemak dengan metode iodonoklorida, PRAB- 670/Sem-64/77, Bandung.

#### DISKUSI

##### Nanny K.:

1. Apakah perbedaan metode yang dilakukan dengan metode biasa yang dilakukan di produksi?
2. Apakah istilah pemantapan pada judul makalah sudah sesuai kalau dilihat hasilnya dibandingkan dengan metode lama hampir sama. Apakah lebih baik kalau dipakai modifikasi?

##### Said Adam:

1. Untuk produksi biasa dipakai metode I (pelarut eter) kemudian berkembang metode II yang diperkirakan lebih baik. Kedua metode ini dibandingkan, hasilnya hampir sama.
2. Istilah pemantapan masih tepat, karena pada kedua metode diuji dengan berbagai pengaruh sehingga didapat kondisi optimum/mantap.