

PENGARUH JENIS PELARUT DAN TEMPERATUR REAKSI PADA SINTESIS SURFAKTAN DARI ASAM OLEAT DAN n-METIL GLUKAMINA DENGAN KATALIS KIMIA

Jojor Rohana Oppusunggu, Vinta Rutliana Siregar, Zuhrina Masyithah
Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara
Jln. Almamater Kampus USU Medan 20155, Indonesia
Email: jojorrohana@gmail.com

Abstrak

Surfaktan merupakan suatu molekul yang sekaligus memiliki gugus hidrofilik dan gugus lipofilik sehingga dapat mempersatukan campuran yang terdiri dari air dan minyak. Alkanolamida merupakan salah satu jenis surfaktan nonionik yang banyak dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari. Pada penelitian ini, akan diamati pengaruh jenis pelarut dan temperatur reaksi terhadap sintesis surfaktan alkanolamida dari n-metil glukamina dan asam oleat dari minyak sawit dengan katalis natrium metoksida. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui nilai *Hydrophilic Lipophilic Balance* (HLB), pH dan tegangan permukaan dari surfaktan dengan mengamati pengaruh jenis pelarut dan temperatur reaksi. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan labu leher tiga pada suhu 90°C, 110°C, 130°C, waktu reaksi selama 3 jam, rasio substrat 1:2, kecepatan pengadukan 150 rpm dan konsentrasi katalis 0,4% (b/b). Pada reaksi amidasi sampel diambil dari labu leher tiga tiap 1 jam sekali selama 3 jam kemudian hasil dari reaksi amidasi ini di cuci dengan menggunakan pelarut aseton guna memisahkan katalis. Hasil dari pencucian kemudian dimurnikan dengan cara memanaskan produk surfaktan pada temperatur 90°C guna menguapkan pelarut heksana dan butanol. Hasil yang mengandung surfaktan di analisis dengan Metode *Hydrophilic Lipophilic Balance*, tegangan permukaan dan Spektrofotometri FT-IR. Berdasarkan penelitian ini didapatkan kondisi yang optimal pada suhu 110°C, waktu reaksi 3 jam pada rasio pelarut 2:1. Dari hasil analisa surfaktan oleoil n-metil glukamina diperoleh nilai HLB 11,53 yang berada dalam rentang HLB deterjen sesuai dengan standart.

Kata kunci: surfaktan, asam oleat, n-metil glukamina, oleoil n-metil glukamina, amidasi, HLB

Abstract

Surfactants are molecules that also has a hydrophilic group and a lipophilic group that can unify a mixture consisting of water and oil. Alkanolamide is one type of nonionic surfactants are widely used in everyday life. In this study, will be observed the influence of the type of solvent and reaction temperature on the synthesis of surfactant alkanolamide n -methyl glucamine and oleic acid from palm oil with sodium methoxide catalyst. This study aims to determine the value of the hydrophilic lipophilic balance (HLB), pH and surface tension of surfactant, by observing the effect of the type of solvent and reaction temperature. This research was conducted by using a flask at 90 ° C, 110 ° C, 130 ° C for 3 hours reaction time, substrate ratio of 1: 2, the stirring speed of 150 rpm and a catalyst concentration of 0.4% (w/w). In the amidation reaction samples taken from the flask every 1 hour for 3 hours and then the results of this amidation reaction was washed with acetone solvent to separate the catalyst. Results washing then purified by heating at 90°C to evaporate the solvent surfactant products hexane and butanol. Results containing surfactant in the analysis with Hydrophilic Lipophilic Balance Method, surface tension and FT-IR spectrophotometry. Based on this research, the optimal conditions at a temperature of 110°C, reaction time 3 hours at the solvent ratio 2: 1. From the analysis of surfactant oleoil n-Methyl glucamine values obtained HLB in the range of 11,53 HLB in accordance with the standard detergent.

Keywords: surfactants, oleic acid, n-methyl glucamine, oleoil n-metil glucamine, amide, HLB

Pendahuluan

Surfaktan adalah senyawa yang dapat menurunkan tegangan antarmuka antara dua fasa cairan yang berbeda kepolarannya seperti minyak/air atau air/minyak. Sifat yang unik tersebut menyebabkan surfaktan sangat potensial digunakan sebagai komponen bahan adhesif, bahan penggumpal, pembasah, pembusa, pengemulsi serta telah diaplikasikan secara luas dalam berbagai bidang industri seperti industri makanan, farmasi, kosmetika, tekstil, polimer, cat dan agrokimia [4].

Indonesia merupakan Negara penghasil kelapa sawit terbesar di dunia. Pada tahun 2012, luas areal tanaman kelapa di Indonesia mencapai 8,94 juta Ha, dengan total produksi 2,50% atau 23,47 juta ton sehingga sangat potensial untuk menghasilkan produk-produk baru yang berbahan baku turunan kelapa sawit [1]. Selain itu dibandingkan dengan surfaktan berbahan baku petrokimia, surfaktan berbahan baku alami bersifat mudah terurai secara hayati sehingga lebih ramah lingkungan. Salah satu surfaktan

yang dapat diperoleh dari minyak nabati dan turunannya adalah surfaktan alkanolamida.

Pemilihan n-metil glukamina sebagai sumber amina pada penelitian ini didasarkan karena bahan ini mempunyai banyak manfaat antara lain sebagai anti bakteri, serta mampu mengikat lemak tanpa diikuti dengan pengikatan vitamin yang larut dalam lemak [5]. Selain itu n-metil glukamina juga dapat diperoleh dari sumber terbarukan [3].

Pada penelitian ini, akan disintesis surfaktan alkanolamida yaitu oleoil n-metil glukamina dengan reaksi amidasi antara n-metil glukamina dengan asam oleat dari minyak sawit. Katalis yang digunakan adalah katalis kimia yaitu natrium metoksida, karena lebih ekonomis dibandingkan katalis biokimia dan memberikan waktu reaksi lebih singkat. Penggunaan asam oleat telah banyak digunakan pada sintesis surfaktan karena asam oleat dapat diperoleh dalam jumlah besar dari turunan minyak nabati seperti minyak kelapa sawit.

Teori

Penggunaan surfaktan sangat bervariasi, seperti bahan deterjen, kosmetik, farmasi, makanan, tekstil, plastik dan lainnya. Penggunaan surfaktan ini bertujuan untuk meningkatkan kestabilan emulsi dengan cara menurunkan tegangan antarmuka, antara fasa minyak dan fasa air. Surfaktan dipergunakan baik berbentuk emulsi minyak dalam air maupun berbentuk emulsi air dalam minyak. Emulsi didefinisikan sebagai suatu sistem yang terdiri dari dua fasa cairan yang tidak saling melarut, dimana salah satu cairan terdispersi dalam bentuk globula-globula cairan lainnya. Berdasarkan jenisnya emulsi dibedakan menjadi dua yaitu :

- a. Emulsi minyak dalam air (O/W)
- b. Emulsi air dalam minyak (W/O)

Gugus hidrofilik pada surfaktan bersifat polar dan mudah bersenyawa dengan air, sedangkan gugus lipofilik bersifat non polar dan mudah bersenyawa dengan minyak. Penambahan surfaktan dalam larutan akan menyebabkan turunnya tegangan permukaan. Setelah mencapai konsentrasi tertentu, tegangan permukaan akan konstan walaupun konsentrasi surfaktan ditingkatkan. Bila surfaktan ditambahkan melebihi konsentrasi ini maka surfaktan mengagregasi membentuk misel. Konsentrasi terbentuknya misel ini disebut *Critical Micelle Concentration* (CMC). Tegangan permukaan akan menurun hingga CMC tercapai. Setelah CMC tercapai, tegangan permukaan akan konstan yang menunjukkan bahwa antar muka menjadi jenuh dan terbentuk misel yang berada dalam keseimbangan dinamis dengan monomernya [2].

Berdasarkan gugus hidrofiliknya, surfaktan diklasifikasi menjadi empat golongan yaitu :

1. Surfaktan anionik
2. Surfaktan kationik
3. Surfaktan nonionik
4. Surfaktan amfoter

Untuk menentukan kegunaan dari suatu surfaktan, maka biasanya terlebih dahulu ditentukan nilai HLB (*Hydrophile Lipophile Balance*).

➤ Hidrofilik

Bahan (industri minuman) nilai HLB(16 – 18)

Deterjen nilai HLB (12 – 16)

Pengemulsi o/w (mayonnaise, body lotion), nilai HLB (9 - 12)

➤ Lipofilik

Produk kosmetika nilai HLB (7 - 9)

Pengemulsi w/o (margarin, mentega), nilai HLB (0 - 6)

➤ Industri pulp dan kertas, nilai HLB (0 -18)

Surfaktan Alkanolamida

Amida asam lemak pada industri oleokimia dapat dibuat dengan mereaksikan amina dengan trigliserida, asam lemak atau metil ester asam lemak [7]. Alkanolamida merupakan kelompok surfaktan nonionik yang berkembang dengan pesat. Disamping itu alkanolamida dapat dipergunakan pada rentang pH yang luas, biodegradable, lembut dan bersifat non iritasi dan surfaktan alkanolamida juga sangat kompatibel dengan jenis surfaktan lainnya

Metodologi Penelitian

Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain labu leher tiga, refluks kondensor, termometer, erlenmeyer, corong pisah, gelas ukur, gelas kimia, neraca analitik, pipet tetes, *hot plate*, *magnetic stirrer* dan tensiometer du Nouy.

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam oleat, n-metil glukamina, natrium metoksida, heksana, butanol, asam sitrat serta Indikator Phenolphthalein, Isopropyl Alkohol, KOH, Etanol dan HCl sebagai bahan untuk analisa.

Prosedur Reaksi Amidasi

Asam oleat sebanyak 20 ml dimasukkan ke dalam labu leher tiga. Ditambahkan pelarut heksana, butanol dengan rasio pelarut : asam oleat (v/v) 2:1, 5:1, 8:1. Ditambahkan n-metil glukamina dengan variasi rasio mol asam oleat : n-Metil glukamina 1:2 kemudian di masukkan katalis sodium metilat dengan konsentrasi 0,4 (% b/b). Dipanaskan dengan labu leher tiga dengan pemanas hot plate pada variasi temperatur operasi 90°C, 110°C, 130°C, dan diaduk dengan kecepatan putar 150 rpm. Kemudian direaksikan

dengan waktu 3 jam. Setelah itu campuran disiapkan untuk dimurnikan.

Prosedur Pemurnian

Campuran produk dilarutkan dengan heksana, butanol dengan rasio pelarut campuran produk (v/v) 2:1, 5:1, 8:1. Campuran ditambahkan asam sitrat 10% sebanyak 5 ml untuk mengendapkan katalisnya dan endapan yang terbentuk dipisahkan dengan filtrasi. Produk oleoil n-Metil glukamina yang bercampur dengan pelarut dipisahkan dengan memanaskan produk pada 90°C agar pelarut menguap. Produk yang mengandung n-metil glukamina berlebih selanjutnya dicuci dengan aseton sebanyak dua kali volume campuran produk yang akan melarutkan metil glukamina. Produk oleoil n-metil glukamina akan diperoleh sebagai lapisan bawah, sedangkan n-metil glukamina berlebih akan larut bersama aseton sebagai produk atas.

Analisa Hasil Produk Surfaktan

Penentuan Bilangan Asam (Porim Test Methods, 1995)

Kedalam erlemeyer dimasukkan sampel sebanyak 2 gr. Ditambahkan 10 ml Isopropil alkohol dan homogenkan. Ditambahkan Phenolphthalein sebanyak 3 tetes kemudian dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N sampai berwarna merah muda.

Penentuan Bilangan Penyabunan (ASTM D5558 Standard Test Methods, 1995)

Ditimbang sebanyak 3 gr sampel dan dimasukkan ke dalam erlemeyer 250 ml. Ditimbang secara perlahan - lahan 50 ml KOH 0,5 N alkohol dengan pipet tetes. Erlenmeyer dihubungkan dengan refluks kondensor dan sampel dididihkan dengan hati-hati sampai sampel tersabunkan dengan sedikit air. Larutan didinginkan dan bagian dalam refluks kondensor dibilas dengan sedikit air. Ditambahkan Phenolphthalein 3 tetes, kemudian dititrasi dengan HCl 0,5 N sampai merah muda menghilang.

Penentuan Bilangan pH

Kalibrasi pH meter dengan larutan buffer pH. Elektroda yang telah dibersihkan dicelupkan ke dalam sampel. Nilai pH pada skala pH meter dibaca dan dicatat

Penentuan Nilai Hydrophile Lipophile Balance (HLB)

Penentuan nilai *Hydrophile-Lipophile Balance* (HLB) berguna untuk mengetahui kegunaan surfaktan yang dihasilkan. Penentuan ini dilakukan dengan metode Griffin Rumus yang digunakan :

$$HLB = 20 \times \left[1 - \frac{S}{A} \right] \dots\dots\dots (1)$$

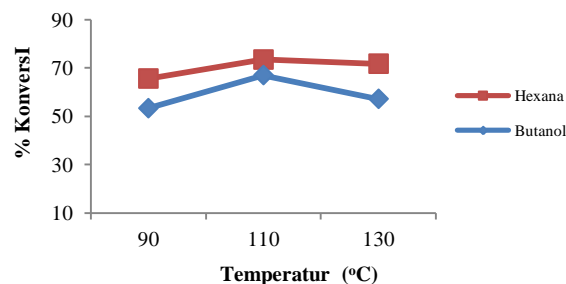
S =Bilangan penyabunan (*Saponification number*)
A =Bilangan Asam (*Acid value*)

Analisa Tegangan Permukaan dan FT-IR

Penentuan tegangan permukaan larutan dilakukan dengan menggunakan tensiometer du Nouy. Sementara penentuan gugus fungsi yang terdapat dalam produk surfaktan oleoil n-metil glukamina dilakukan dengan menggunakan alat spektrofotometri FT-IR.

Hasil Dan Pembahasan

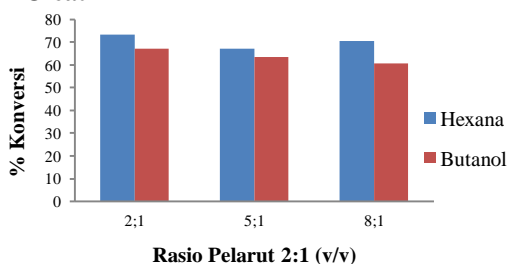
Pengaruh Temperatur Reaksi Terhadap % Konversi Asam Oleat



Gambar 1. Pengaruh Temperatur Reaksi Terhadap % Konversi Asam Oleat pada Rasio Pelarut 2:1 (v/v) dan Waktu 3 jam

Pengamatan sintesis oleoil n-metil glukamina terlihat pada gambar 1 menunjukkan bahwa temperatur reaksi 110°C memberikan konversi terbaik yaitu mencapai 73,38 %, persen konversi terendah pada 90°C sementara pada 130°C persen konversi yang didapat lebih tinggi daripada temperatur 90°C.

Pengaruh Rasio Pelarut Terhadap % Konversi Asam Oleat

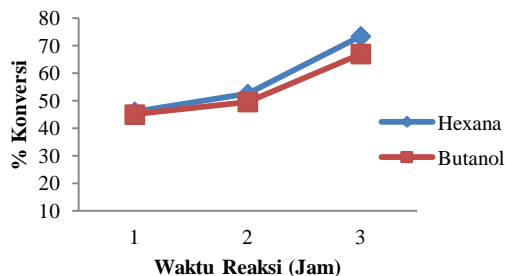


Gambar 2. Pengaruh Rasio Pelarut Terhadap % Konversi Asam Oleat pada Temperatur Reaksi 110°C dan Waktu 3 jam

Pengamatan sintesis oleoil n-metil glukamina terlihat pada gambar 2 menunjukkan bahwa rasio pelarut terhadap asam oleat sebesar 2:1 (v/v) memberikan performa terbaik. Perbandingan kedua jenis pelarut organik dimana reaksi amidasi asam oleat dengan n-metil glukamina memberikan hasil yang baik pada

pelarut heksana. Penggunaan heksana mempunyai beberapa keunggulan antara lain toksisitas heksana lebih rendah serta heksana bersifat inert, sehingga tidak mereduksi campuran produk.

Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap % Konversi Asam Oleat



Gambar 3. Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap % Konversi Asam Oleat pada Temperatur Reaksi 110°C dan Rasio Pelarut 2:1 (v/v)

Hasil penentuan waktu reaksi yang optimum pada sintesis oleoil n-metil glukamina ditunjukkan pada gambar 3. Percobaan ini juga menunjukkan bahwa waktu terbaik adalah 3 jam. Hal ini disebabkan karena lebih panjangnya waktu katalis untuk mereaksikan substrat sehingga reaksi dapat berjalan optimal.

Analisa Karakteristik Produk Surfaktan Oleoil n –Metil Glukamina

Bilangan Asam, Penyabunan dan pH Produk Surfaktan Oleoil n-Metil Glukamina

Dari hasil penelitian bilangan asam produk yang terbaik adalah 6,204 %. Hasil pengukuran bilangan penyabunan dari produk surfaktan oleoil n-metil glukamina adalah 9,88. Produk surfaktan oleoil n-metil glukamina yang dihasilkan memiliki derajat keasaman (pH) sebesar 10,67 nilai pH produk surfaktan oleoil n-metil glukamina bersifat basa karena adanya unsur N dari gugus amida.

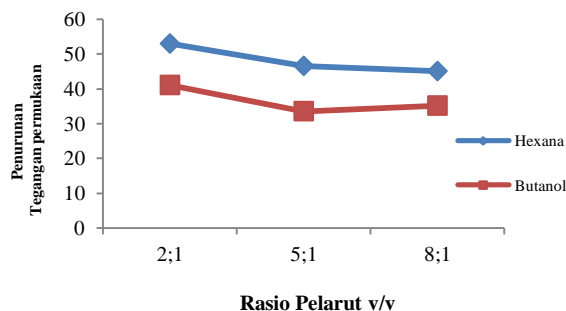
HLB (Hydrophile Lipophile Balance) Produk Surfaktan Oleoil n-Metil Glukamina

Nilai HLB produk surfaktan oleoil n-metil glukamina adalah 11,53. Nilai HLB ini menunjukkan bahwa surfaktan oleoil n-metil glukamina dapat digunakan sebagai pengemulsi o/w, surfaktan ini dapat larut dalam air dan dipakai untuk membuat emulsi minyak dalam air.

Hubungan Penurunan Tegangan Permukaan dan Rasio Pelarut Terhadap Jenis Pelarut

Kondisi operasi reaksi amidasi yang memberikan % konversi tertinggi adalah pada rasio pelarut 2:1, jenis pelarut heksana, temperatur 110°C dan waktu 3 jam, yaitu sebesar 38,15 dyne/cm atau 52,99 %. Kondisi ini dipilih

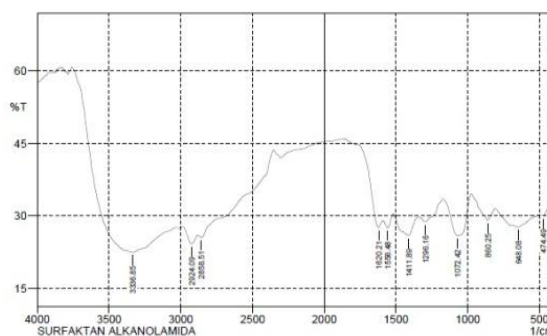
karena memberikan jumlah senyawa amida terbesar dalam produk.



Gambar 4. Hubungan Penurunan Tegangan Permukaan dan Rasio Pelarut Terhadap Jenis Pelarut Pada Temperatur 110°C dan Waktu 3 Jam

Hasil Analisa Spektrum FT-IR

Reaksi antara asam oleat dan n-metil glukamina pada temperatur 110°C dengan katalis natrium metoksida (NaOCH₃) pada konsentrasi 0,4 (b/b) dapat membentuk senyawa Oleoil n-metil glukamina. Senyawa amida yang terbentuk dapat berfungsi sebagai surfaktan.



Gambar 5. Analisa FT-IR

Puncak resapan pada daerah bilangan gelombang 1411,89 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus CN untuk senyawa amida. Kemudian diikuti puncak resapan pada daerah bilangan gelombang 648,08 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus N-H pada daerah bilangan gelombang ini menunjukkan mengandung gugus amida.

Resapan pada bilangan gelombang 3336,85 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus OH. Gugus OH terdapat pada senyawa oleoil n-metil glukamina dan n-metil glukamina.

Muncul resapan pada daerah bilangan gelombang 2924,09 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus CH dan munculnya resapan pada daerah bilangan gelombang 648,08 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus CH₂ [6].

Kesimpulan

- Perbandingan kedua jenis pelarut organik dimana reaksi amidasi asam oleat dengan n-

metil glukamina memberikan hasil yang baik pada pelarut heksana. Penggunaan heksana mempunyai beberapa keunggulan antara lain toksisitas heksana lebih rendah serta heksana bersifat inert, sehingga tidak mereduksi campuran produk.

2. Pengamatan sintesis Oleoil n-metil glukamina ini menunjukkan bahwa temperatur reaksi 110°C memberikan konversi terbaik yaitu mencapai 73,38 %, % konversi terendah pada 90°C yaitu hanya 65,55 % sementara pada 130°C % konversi yang didapat lebih tinggi daripada temperatur 90°C yaitu 71,68 %.
3. Karakteristik surfaktan oleoil n-metil glukamina yang diperoleh antara lain bilangan asam sebesar 6,204, bilangan penyabunan 9,88 dan nilai pH 10,67.
4. Nilai HLB sebesar 11,53. Nilai HLB menunjukkan surfaktan oleoil n-metil glukamina dapat digunakan sebagai pengemulsi o/w atau detergen dimana HLB detergen 11- 15.

Daftar Pustaka

- [1] Badan Pusat Statistik, *Jumlah Produksi Crude Palm Oil (CPO) Dan Jumlah Lahan Kelapa Sawit Sumatera Utara*, 2012.
- [2] Genaro, R.A., 1990, *Rhemingtons Pharmaceutical Science*, 18th, Mack Printing Company, Easton, Pennsylvania, USA, 267
- [3] Holmberg, Krister, *Natural Surfactans, Colloid Dan Interface Science*, 6 : 148 -159, 2001
- [4] Johnson, R.W. dan Fritz, E., 1989, *Fatty Acids in Industry, Process, Properties, Derivates, Applications*, Marcell Dekker Inc., New York.
- [5] Maugard, T., Remaud-Simeon, M., Petre, D. dan Monsan, P., 1997, *Lipase-catalysed Synthesis of Biosurfactants by Transacylation of N-Methyl-Glucamine and Fatty-Acid Methyl Esters*, *Tetrahedron*, 53(22): 7629 – 7634.
- [6] Noerdin, daslin. *Eluisidasi struktur senyawa organik dengan cara spektroskopi ultralembayung dan inframerah*. Penerbit Angkasa, Bandung, 1985.
- [7] Zuhriina Masyithah, 2010, *Optimasi Sintesis Surfaktan Alkanolamida Dari Asam Laurat Dengan Dietanolamida Dan n-Metil Glukamina Secara Enzimatik*, Disertasi, Departemen Kimia, FMIPA, Universitas Sumatera Utara.