

FORMULASI LARUTAN DETERGEN DARI NATRIUM DODESIL SULFAT DAN SINTESIS NATRIUM DODESILBENZENA SULFONAT

Wiedy Paristya¹, Arnelli¹, Bambang Cahyono²

- 1) Laboratorium Kimia Fisik, Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro, Jl. Prof Sudarto, Semarang 50275
- 2) Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro, Jl. Prof Sudarto, Semarang 50275

Abstract

Detergent products has been used by almost all the inhabitants for various purposes such as washing clothes and furniture as well as other cleaning materials. Surfactants are good for cleaning are anionic surfactants, ionic surfactants in water kelaruan optimal C12 chain. Some anionic surfactant C12 made and developed, one of which was sodium dodecyl sulfate (SDS). Synthesis of sodium sulfonate dodesilbenzena was performed to compare dodesilbenzena detergency sodium sulfonate synthesized with sodium dodecyl sulfate. The ability of surfactants to removing contaminants less than perfect so necessary to the addition of sodium tripolyphosphate (STPP) as a builder, carboxymethyl cellulose (CMC) as well as the alkaline pH and buffer needs to be added besides the addition of STPP. Detergency sodium dodecyl sulfate (SDS) with the optimum addition of STPP 60%, pH 10.5; CMC 1%. Formula detergent was surfactant SDS obtained 23%; STPP 60%; CMC 1%; buffer NaHCO₃ - NaOH and Na₂SO₄ with a detergency of 86.989%. GC-MS analysis of the results of alkylating Friedel craft (phase 1), the spectra showed that the compound formed is Dodesilbenzene with t_R 18.84, SI = 96. The results of neutralization (phase 3) has a melting point > 500°C estimated inorganic compounds.

Keyword: detergency, cleaning agent, alkylation reactions.

Abstrak

Produk deterjen saat ini sudah digunakan oleh hampir semua penduduk untuk berbagai keperluan seperti mencuci pakaian dan perabotan serta sebagai bahan pembersih lainnya. Surfaktan yang baik untuk pencuci adalah surfaktan anionik, kelaruan surfaktan ionik dalam air optimal pada rantai C12. Beberapa surfaktan anionik C12 dibuat dan dikembangkan, salah satunya adalah natrium dodesil sulfat (SDS). Sintesis natrium dodesilbenzena sulfonat dilakukan untuk membandingkan detergensi natrium dodesilbenzena sulfonat hasil sintesis dengan natrium dodesil sulfat. Kemampuan surfaktan dalam menghilangkan kotoran kurang sempurna sehingga perlu adanya penambahan Natrium Tripolifosfat (STPP) sebagai builder, karboksimetil selulosa (CMC) serta pH basa dan buffer perlu ditambahkan selain penambahan STPP. Detergensi Natrium Dodesil Sulfat (SDS) optimum dengan penambahan STPP 60%; pH 10,5; CMC 1%. Formula detergen yang didapat adalah surfaktan SDS 23 % ; STPP 60 % ; CMC 1 % ; Buffer NaHCO₃-NaOH dan Na₂SO₄ dengan detergensi sebesar 86,989 %. Analisis GC-MS dari hasil alkilasi friedel craft (tahap 1), spektra menunjukkan bahwa senyawa yang terbentuk adalah Dodesilbenzene dengan t_R 18,84 , SI = 96. Hasil netralisasi (tahap 3) mempunyai titik leleh >500°C diperkirakan senyawa anorganik.

Kata kunci : detergensi, larutan pencuci, reaksi alkilasi.

PENDAHULUAN

Produk deterjen saat ini sudah digunakan oleh hampir semua penduduk untuk berbagai keperluan seperti mencuci pakaian dan perabotan serta sebagai bahan pembersih lainnya. Salah satu usaha yang berkembang pesat saat ini, yang banyak menggunakan deterjen adalah usaha laundry (Golib, 1984). Larutan detergen adalah larutan pencuci yang harus mempunyai formulasi yang terdiri dari

surfaktan, builder, pH, buffer, dan zat adiktif lainnya (Yangzin, 2008). Surfaktan merupakan komposisi paling penting pada laundry dan produk pembersih rumah tangga, mencakup 15% sampai 40% dari total formulasi detergen (Yangxin, 2008). Surfaktan yang baik untuk pembersihan adalah surfaktan anionik. Beberapa surfaktan anionik dibuat dan dikembangkan,

salah satunya adalah natrium dodesil sulfat (SDS).

Detergensi optimal umumnya ditunjukkan oleh surfaktan rantai lurus terpanjang larut dalam air dan tidak mengendap oleh kation polivalen. Karena kesadahan air meningkat, detergensi optimal bila hidrofob mempunyai rantai yang lebih pendek (Rosen, 2004). Kelaruan surfaktan ionik dalam air optimal pada rantai C12 (Salanger, 2002). Natrium Dodesil Sulfat (SDS) dan Natrium Dodesilbenzen Sulfonat (SDBS) mempunyai alkil yang sama yaitu C12 sehingga memiliki kesamaan sifat, perbedaannya adalah SDS mengandung senyawa alifatik dan SDBS mengandung senyawa aromatik. Nilai konsentrasi kritis misel (c.m.c) SDBS 0,5 g/L (Savarino, 2010) dan konsentrasi kritis misel (c.m.c) SDS 2,3 g/L (Patist, 1999) memang tidak lebih baik akan tetapi Natrium Dodesil Sulfat (SDS) mudah didapat dipasaran dan SDS sangat umum, sebagai garam natrium yang merupakan agen pembusa ditemukan dalam shampo, pasta gigi, dan beberapa deterjen (Salanger, 2002). Builder dapat membantu menghilangkan unsur-unsur penyebab kesadahan (kekerasan air), sehingga penambahan builder menambah kinerja surfaktan dalam menghilangkan kotoran (Yangxin, 2008).

METODOLOGI

Analisis Konsentrasi Kritis Misel

Penentuan Critical Misel Concentration (c.m.c) dilakukan dengan menggunakan metode turbidimetri. Untuk menentukan c.m.c surfaktan divariasi konsentrasinya dari 2 – 2,9 g/L, Kemudian diukur kekeruhanya dengan turbidimeter dan dibuat grafik turbiditas vs konsentrasi.

Pembuatan Kotoran Standar

Sebanyak 19,32 g kaolin, 600 mg feriklorida, 80 mg karbon hitam, 5 g bensin mobil, 10 g lemak sapi ditimbang. Masing-masing disuspensikan dengan aseton ke dalam gelas piala 25 mL. Larutan kemudian

dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan aseton hingga tanda batas. Labu ditutup dan dikocok selama 5 menit hingga tercampur.

Pembuatan Substrat

Kain katun putih dipotong-potong dengan ukuran 10x10 cm, kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu pemanasan kira-kira 105⁰ C selama kurang lebih 3 jam hingga dicapai berat kain yang konstan. Kain katun dimasukkan dalam desikator + 1 jam. Kain kering kemudian ditimbang dan dicatat sebagai bobot bersih, yang kemudian kain ini disebut substrat.

Uji Detergensi

Uji detergensi dilakukan dengan cara menyiapkan substrat kain katun putih 10x10 cm. Kain katun bersih dikeringkan di dalam oven dengan suhu pemanasan kira-kira 105⁰ C selama 3 jam hingga dicapai berat kain yang konstan. Kemudian kain dimasukkan desikator 1 jam. Kain kering ditimbang dan dicatat sebagai bobot kering kain bersih. Kain dimasukkan dalam gelas piala 1L yang berisi kotoran standar sambil diaduk -aduk hingga rata selama 30 menit. Setelah kotoran menempel pada kain, kain diangkat dan diangin-anginkan selama kurang lebih 30 menit. Setelah kain kering, kain dioven pada suhu 105⁰ C selama 3 jam hingga diperoleh berat yang konstan. Kain kotor dicuci dengan menggunakan larutan SDS dan campuran lainnya selama 30 menit dengan kecepatan mekanik 4 rpm. Setelah 30 menit kain diangkat dan didiamkan selama 30 menit, dan dioven pada suhu 105⁰ C selama 30 menit. Kain ditimbang dan didapat berat bersihnya.

Sintesis Natrium Dodesilbenzena Sulfonat

a.Reaksi Alkilasi Friedel-Crafts

AlCl₃ anhidrat 0,024 mol dan 0,17 mol benzena sambil diaduk dengan stirer pada suhu 0-5⁰ C dimasukkan ke dalam labu leher tiga 1 L yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnet, corong penetes dan termometer serta pendingin es. Kemudian 0,04 dodesil klorida ditambahkan dengan cara penetes sampai habis dan diaduk

selama 1 jam. Larutan dipindahkan ke dalam corong pemisah kemudian ditambah dengan 14,81 g bongkahan es pada ukuran kecil sambil diaduk dan 7,41 mL air dingin. Selanjutnya, larutan dipindahkan ke dalam corong pemisah, dipisahkan dan diambil lapisan yang atas (lapisan hidrokarbon). Lapisan bawah (air) diekstrak dengan penambahan eter dan hasilnya digabung dengan yang pertama, eter diuapkan dengan rotary evaporator.

b. Reaksi Sulfonasi

Ke dalam labu leher tiga 1 L yang telah dilengkapi dengan pengaduk magnet, corong penetes dan termometer serta penangas minyak, dimasukkan 0,0175 mol dodesil benzena dan 0,0168 mol H_2SO_4 pekat sambil diaduk pada suhu 110-120⁰ C. Ketika lapisan dodesil benzena telah tersolvasi pada larutan H_2SO_4 (kira-kira 4 jam), larutan didinginkan pada suhu ruang dan dituang ke dalam 6,71 mL air dingin sambil diaduk

c. Reaksi Netralisasi

Larutan asam hasil reaksi sulfonasi, dinetralkan dengan 0,81 g NaHCO_3 yang ditambahkan secara hati-hati. Kemudian larutan dipanaskan sampai mendidih dan dijenuhkan dengan 2,68 g NaCl . Larutan panas yang diperoleh disaring menggunakan kertas saring dan filtratnya diletakkan dalam beker. Selanjutnya larutan didinginkan sambil diaduk pada pendingin es

Analisis Kualitatif Produk Hasil Sintesis

a. Analisis Kualitatif Produk Reaksi Alkilasi

Analisis kualitatif produk reaksi alkilasi dilakukan dengan menggunakan metode spektrofotometer GC - MS. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui bahwa produk reaksi yang telah terbentuk adalah Dodesilbenzene.

b. Analisis Kualitatif Surfaktan Hasil Sintesis

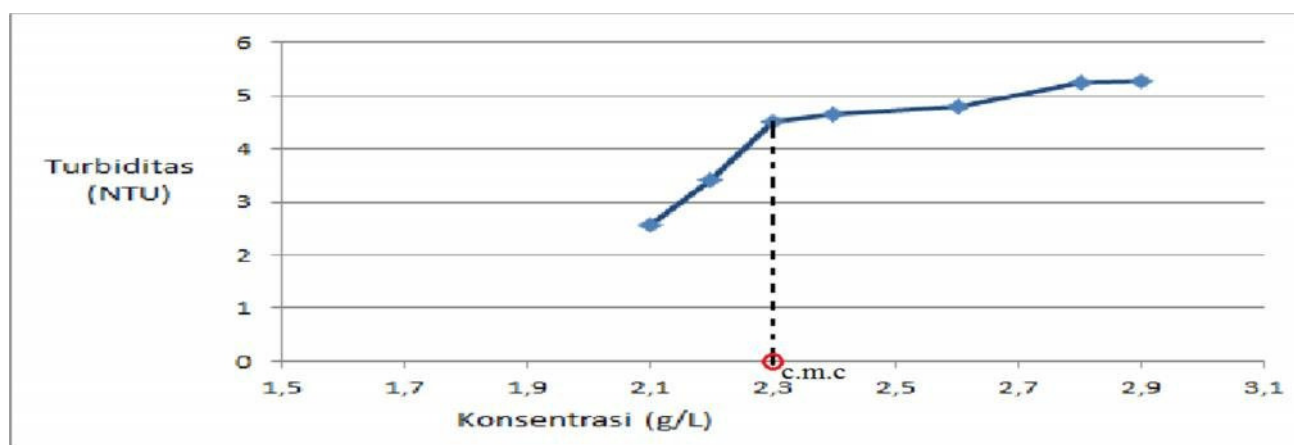
Analisis kualitatif surfaktan hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan metode titik leleh. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui titik leleh surfaktan hasil sintesis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Konsentrasi Kritis Misel

Sebelum detergensi dilakukan terlebih dahulu ditentukan konsentrasi kritis misel (c.m.c). Penentuan konsentrasi kritis misel (c.m.c) dengan metode turbidimetri untuk mengetahui konsentrasi surfaktan yang efisien untuk digunakan sebagai detergensi. Grafik antara nilai kekeruhan dari larutan surfaktan dengan konsentrasi surfaktan dapat menunjukkan nilai c.m.c.

Grafik 2. Variasi STPP



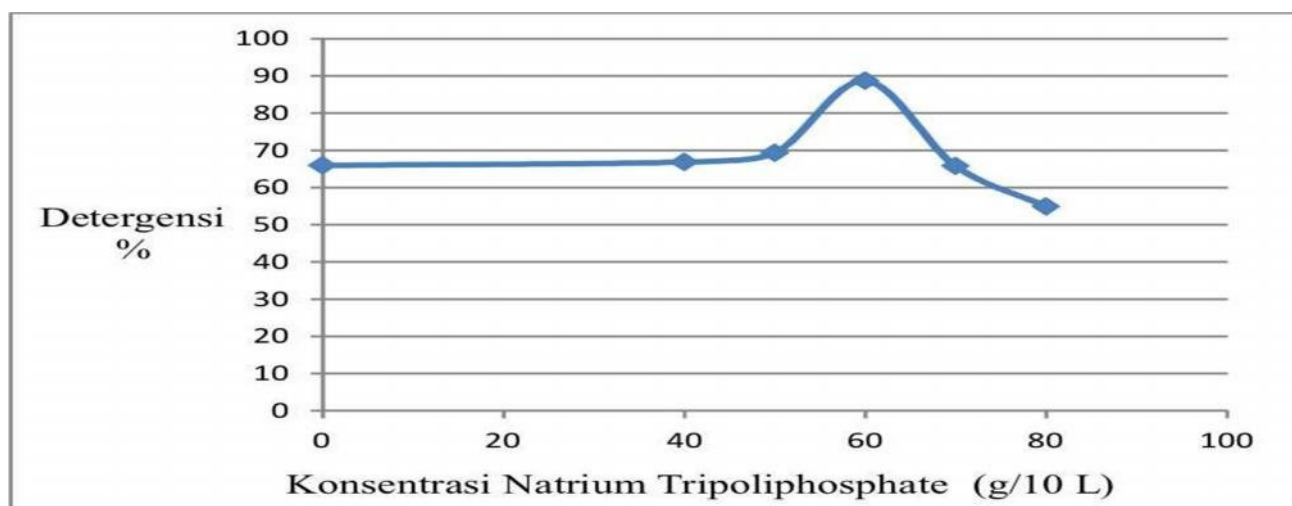
Konsentrasi dimana terjadi perubahan mendadak dari sifat fisik larutan surfaktan, dalam hal ini kekeruhan dapat menunjukkan konsentrasi misel kritis (c.m.c), jadi grafik diatas nilai c.m.c adalah 2,3 g/L.

Variasi STPP pada detergensi SDS

Dari Grafik dapat dilihat bahwa pada pencucian dengan SDS murni detergensinya hanya 65,884%, tetapi setelah ditambahkan natrium tripolifosfat maka detergensi akan

meningkat. Jika surfaktan dilarutkan ke dalam pelarut yang masih mengandung unsur kesadahan misal air tanah, maka surfaktan akan bereaksi dengan unsur kesadahan yang ada dan menghasilkan endapan berupa zat yang tidak aktif lagi sebagai detergen (Wang, 2009). Kondisi optimum detergensi SDS yaitu 88,637% pada penambahan 60% natrium tripolifosfat. Pada penambahan 70% natrium tripolifosfat, detergensi lebih rendah dibandingkan pada penambahan 60% natrium tripolifosfat.

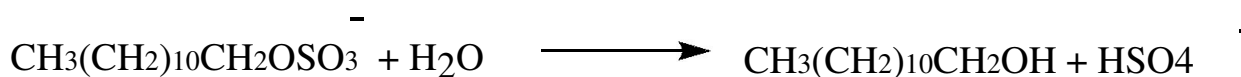
Grafik 2. Variasi STPP



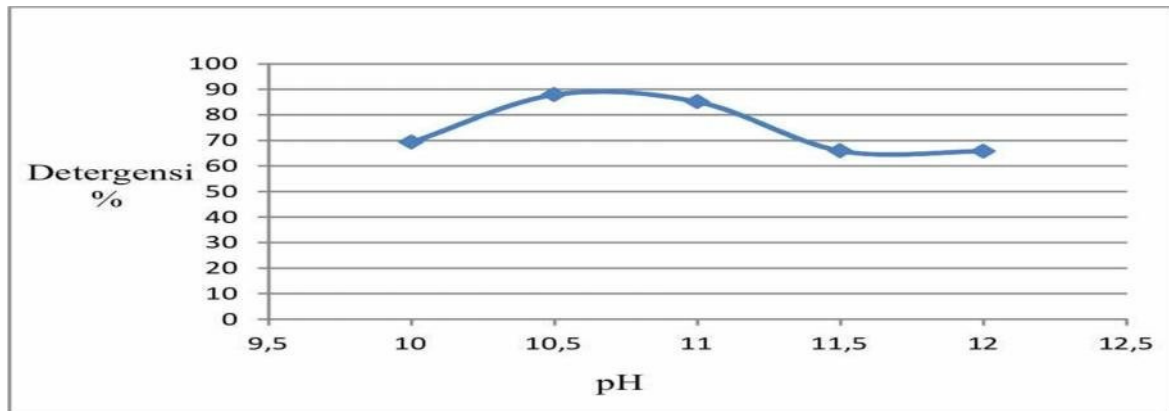
Variasi pH pada detergensi SDS

Pada larutan pH 10,5 ikatan kotoran dengan substrat lebih lemah sehingga memudahkan surfaktan untuk melepaskan ikatan antar keduanya, sehingga pada pH ini didapatkan daya detergensi yang optimum

sebesar 85,059 % dan setelah penambahan buffer pH 10,5 detergensi sebesar 90,242 %. Pada pH 11 atau lebih (penambahan alkali berlebih) detergensi dari surfaktan berkurang karena surfaktan telah terhidrolisis sebelum melakukan detergensi.



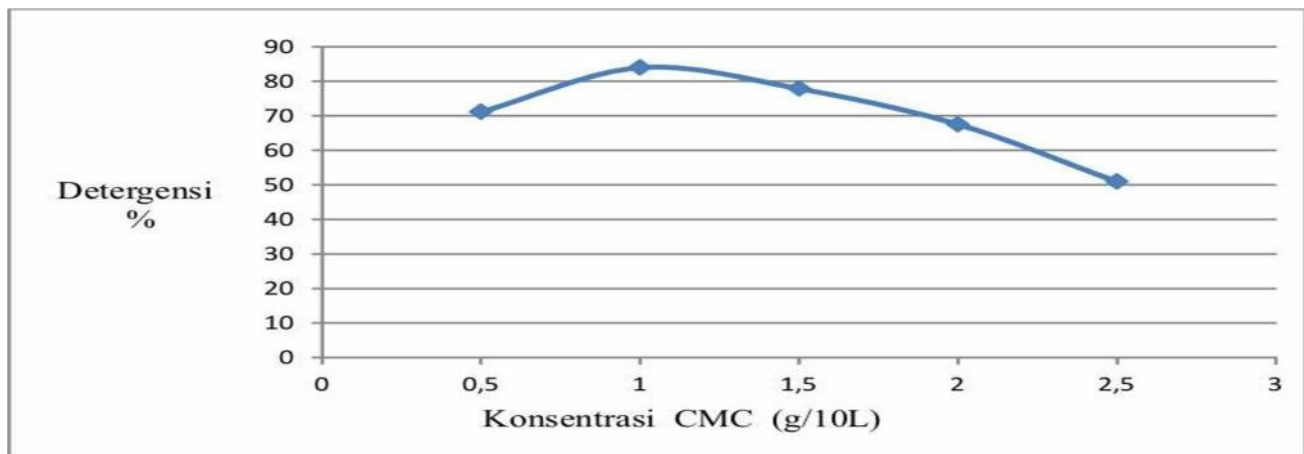
Gambar 1. Reaksi hidrolisis surfaktan

Grafik 3. Variasi pH

Variasi karboksi metil selulosa pada detergensi SDS

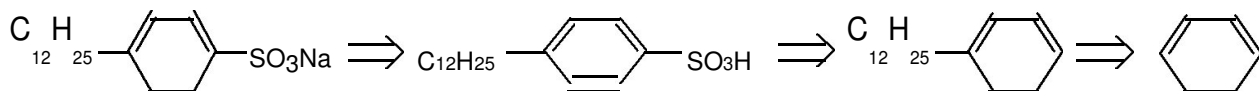
Penambahan CMC 1% nilai detergensinya paling tinggi yaitu 90,49%. Penambahan CMC

yang berlebih nilai detergensi menurun. Hal ini disebabkan CMC merupakan senyawa polimer organik polar, dalam jumlah banyak senyawa ini akan mengganggu kestabilan emulsi sistem tersebut dan dapat menjadi kotoran yang masuk ke dalam substrat pada proses pencucian.

Grafik 4. Variasi CMC

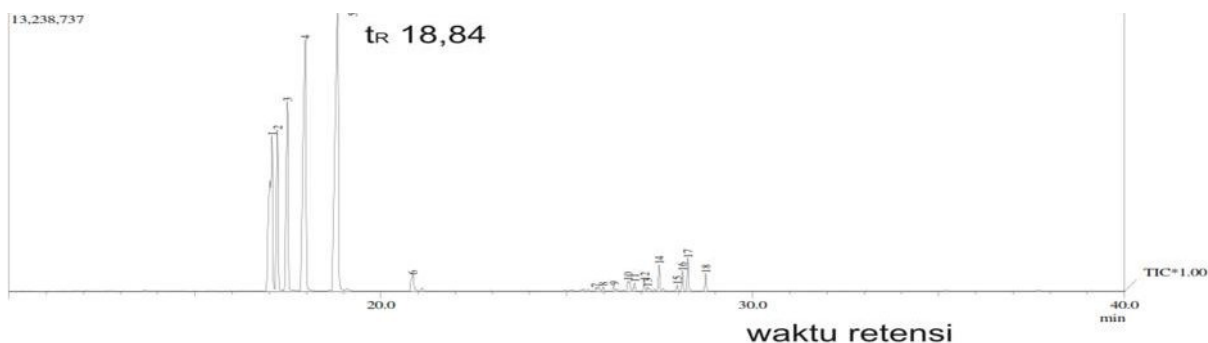
Sintesis Senyawa Natrium Dodesilbenzena Sulfonat

Senyawa Natrium Dodesilbenzena Sulfonat yang merupakan target dari sintesis tiga tahap dalam penelitian dapat dibuat retrosintesisnya :

**Gambar 2.** Reaksi retrosintesis

Tahap pertama dilakukan reaksi alkilasi Friedel Craft, reaksi ini adalah substitusi alkil pada benzene. Secara teoritis senyawa dodesilbenzena akan diperoleh sebanyak 19,68 gram dari 10 mL dodesil klorida sebagai reagen pembatas. Dalam penelitian, senyawa

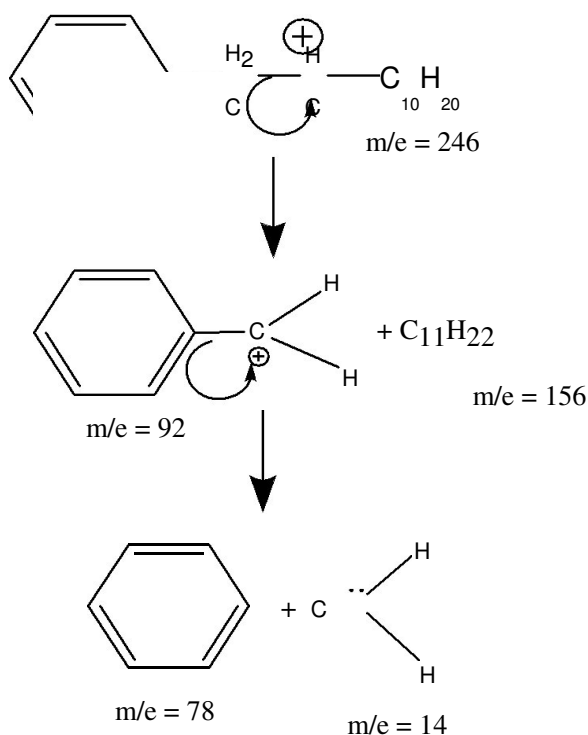
dodesilbenzena yang diperoleh sebanyak 16,21 gram, sehingga dapat diperoleh informasi bahwa rendemen sintesis tahap 1 adalah 82,47%. Kemurnian dari usulan struktur produk alkilasi dapat diperoleh melalui data GC – MS



Gambar 3. Hasil MS

Dari GC, spektrogram menunjukkan adanya puncak pada waktu retensi 18 menit pada kondisi yang diterapkan. Senyawa dengan waktu retensi 18 menit diduga adalah dodesilbenzena, hal ini dapat dibuktikan dari : Puncak ion molekul ion dodesilbenzena sesuai dengan berat molekul senyawa tersebut, puncak

ion fragmen m/e 91 yang sesuai dengan ion molekul / fragmen toluene, pola fragmen sesuai dengan kemiripan data bank si = 96. Pola fragmentasi dari senyawa dapat diusulkan sebagai berikut :



Gambar 4. Pola fragmentasi

Pada tahap kedua, yakni reaksi sulfonasi mengikuti tahapan reaksi substitusi sulfonat pada dodesilbenzena (vogel, 1986). Secara teoritis senyawa dodesilbenzena sulfonat akan diperoleh sebanyak 5,409 gram dari 5 mL dodesilbenzena sebagai reagen pembatas. Dalam penelitian, senyawa dodesilbenzena sulfonat tidak diperoleh pada tahap ini, karena setiap penambahan asam sulfat (4 kali) selalu terbentuk cairan hitam. Hal ini tidak sesuai dengan literatur yang ada, seharusnya hasilnya berupa cairan coklat.

KESIMPULAN DAN SARAN

Formulasi larutan detergen dari natrium dodesil sulfat dan sintesis natrium dodesilbenzen sulfonat telah dilakukan, sehingga dapat disimpulkan sebagai berikut : Detergensi maksimum pada formula II sebesar 86,989 %, formula detergen (formula II) yang didapat adalah surfaktan natrium dodesil sulfat 23 % ; STPP 60 %; CMC 1 %; Buffer NaHCO_3 , Na_2SO_4 , analisis GC-MS dari hasil alkilasi friedel craft (tahap 1) adalah senyawa dodesilbenzena dan hasil netralisasi (tahap 3) mempunyai titik leleh $>500^\circ\text{C}$ diperkirakan senyawa anorganik. Reaksi sulfonasi diharapkan dapat dilakukan dengan menggunakan metode yang berbeda, sehingga hasilnya lebih efektif.

DAFTAR PUSTAKA

Gholib, I., 1994, Kimia Lingkungan, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.
 Patist, A., B.K. Jha., S.G. OH., D.O. Shah., 1999. Important of Micellar Relaxation Time on Detergen Properties. Departement of Chemichal Engineering and Astheisiology. University of Florida.

Hasil reaksi sulfonasi selanjutnya dinetralisasi secara in situ. Reaksi netralisasi dimulai dengan penambahan NaHCO_3 (tahap III) selanjutnya NaCl , sehingga terbentuk endapan coklat seharusnya terbentuk kristal putih. Hasil netralisasi diuji titik leleh ternyata lebih dari 500°C dan tidak ada kesesuaian dengan literatur yang ada yaitu 288°C . Senyawa hasil akhir diduga adalah senyawa anorganik mengingat senyawa organik akan berubah wujud diatas 400°C .

- Rosen, J. M., 2004, *Surfactant and Interfacial Phenomena*, John Wiley and Sons, New York, pp. 1-4, 288-290.
 Salager, J.L., 2002. Surfactants Types and Uses. Laboratory of Formulating Interface Rheologi and Process, Universidad De Los Andes, pp. 6, 23-24.
 Savarino, P., Montoneri, E., Musso, G., Boffa, V., 2010. Biosurfactants from Urban Waste for Detergent Formulation : Surface Activity and Washing Performance. Journal Surfactant Detergent. 13:59-68
 Vogel, A., 1978, " Vogel's Practical Organic Chemistry Including Qualitative Organic Analysis ", 4th edition., Longman Inc., New York, USA, pp. 606, 640-641,643.
 Wang, Peng., Keller, Arturo.A., 2009. Partitioning of Hydrophobic Pesticides within a Soil-Water-Surfactant System. Water Research 43 : 706-714
 Yangxin, Y.U., Jin, ZHAO., Bayly, A.E., 2008. Development of Surfactan and Builder in Detergent Formulations. Chinese Journal of Chemical Enggineering. 16(4) 517-527.

Chem Info

Vol 1, No 1, Hal 43 - 50 , 2013

Pembimbing I,

Semarang, Desember 2012

Pembimbing II,

Dra. Arnelli, M.Si

NIP. 1959 02 11 1989 03 2 001

Dr. Bambang Cahyono, M.S

NIP. 1963 03 16 1988 10 1 001