

**PENENTUAN RASIO MOL REAKTAN OPTIMAL PADA
PEMBUATAN SURFAKTAN DIETANOLAMIDA DENGAN KATALIS
NATRIUM HIDROKSIDA (NaOH)**

Pevi Riani¹

Jurusan Analisis Kimia, Politeknik ATI Padang, Jl. Bungo Pasang Tabing Padang, 25171

email : rianipevi@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. Dietanolamida merupakan surfaktan nonionik yang banyak digunakan dalam pembuatan beragam produk pembersih, perawatan dan kosmetika. Surfaktan ini bersifat terbaharukan dan mudah terdegradasi sehingga tidak mencemari lingkungan. Pada penelitian ini, akan diamati pengaruh rasio mol reaktan terhadap sintesis surfaktan dietanolamida dari dietanolamina dan metil ester Asam Lemak Sawit Destilat (ALSD) dengan katalis natrium hidroksida (NaOH). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui nilai Hydrophylic Lipophylic Balance (HLB), bilangan penyabunan, bilangan asam, bilangan ester dari surfaktan dengan mengamati pengaruh rasio mol reaktan. Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan hot plate Carousel pada suhu 80^oC, waktu reaksi 4 jam, rasio mol reaktan antara lain (1:1, 1:2, 2:1, 2:2, 3:1, 3:2), kecepatan pengadukan 300 rpm dan konsentrasi katalis 1% (b/b). Pada reaksi amidasi sampel diambil setelah 4 jam kemudian hasil dicuci dengan n-heksana kemudian dimurnikan dengan cara memanaskan produk surfaktan pada temperatur 90^oC guna menguapkan pelarut heksana. Hasil yang mengandung surfaktan dianalisis dengan Metode Hydrophylic Lipophylic Balance dan Spektrofotometer FT-IR. Berdasarkan penelitian ini didapatkan kondisi yang optimal pada suhu 80^oC, waktu reaksi 4 jam dan rasio mol reaktan 3:2. Dari hasil analisa surfaktan dietanolamida diperoleh nilai HLB yaitu 5,81 yang berada dalam rentang HLB emulsifier air dalam minyak sesuai standar.

Kata kunci : *Surfaktan, ALSD, Dietanolamina, HLB*

**DETERMINATION OF OPTIMAL REACTION MOL RATIO ON
MAKING OF DIETANOLAMIDE SURFACTANTS WITH SODIUM
HYDROXIDE (NaOH) AS A CATALYST**

Abstract

Surfactant is a molecule which also has a hydrophilic group and a lipophilic group so that it can unite a mixture consisting of water and oil. Diethanolamide is a nonionic surfactant that is widely used in the manufacture of various cleaning, care and cosmetics products. This surfactant is renewable and easily degraded so it does not pollute the environment. In this study, we will observe the effect of the mole ratio the reactants on the synthesis of dietanolamide surfactants from dietanolamine and methyl ester of fatty acids of palm distillate (ALSD) with sodium hydroxide (NaOH) catalyst. This study aims to determine the value of Hydrophylic Lipophylic Balance (HLB), saponification number, acid number, ester number of surfactant by observing the influence of mole ratio of reactants. This research was conducted using hot plate Carousel at a temperature of 80^oC, reaction time of 4 hours, the ratio of moles of reactants, among others (1: 1, 1: 2, 2: 1, 2: 2, 3: 1, 3: 2), stirring speed 300 rpm and catalyst concentration 1% (b/b). In the oxidation reaction the sample is taken after 4

hours then the results are washed with *n*-hexane then purified by heating the surfactant product at a temperature of 90°C to vaporize the hexane solvent. The results containing surfactants were analyzed by Hydrophilic Lipophilic Balance Method and FT-IR Spectrophotometer. Based on this study, optimal conditions were obtained at 80°C, 4 hours reaction time and 3: 2 mole ratio reactants. From the results of analysis of dietanolamide surfactant obtained HLB value is 5.81 which is in the range of HLB emulsifier water in oil according to the standard.

Keywords: *Surfactans, ALSD, Dietanolamine, HLB*

PENDAHULUAN

Indonesia adalah salah satu produsen minyak sawit terbesar di dunia. Sebagian dari produk minyak sawit tersebut diekspor dalam bentuk minyak sawit mentah dan sisanya digunakan sebagai bahan baku untuk keperluan industri dalam negeri. Konsumsi minyak sawit di dalam negeri hanya digunakan sebagai bahan baku industri minyak goreng, margarin, sabun, serta industri oleokimia yang memproduksi asam lemak sawit, metil ester dan *fatty alcohol*. Pada industri minyak goreng terdapat tahap *refining* yang bertujuan untuk meningkatkan kualitas minyak yang dihasilkan. Secara keseluruhan proses *refining* akan menghasilkan 73% RBD olein (*Refine Bleach Deodorization Olein*), 21% stearin, 2,5% - 5% ALSD dan 0,5% buangan (Nuryanto dkk, 2002). Pada tahap ini, selain dihasilkan produk utama berupa minyak goreng juga dihasilkan produk samping yaitu Asam Lemak Sawit Destilat (ALSD) yang memiliki kandungan asam lemak palmitat yang tinggi, yaitu sekitar 56,55%.

Sumber Asam Lemak Sawit Destilat (ALSD) memiliki potensi yang cukup besar untuk digunakan sebagai bahan baku produk oleokimia. Asam lemak dan minyak nabati dapat dijadikan sebagai pilihan bahan baku, tidak hanya karena alasan ekonomis namun juga karena banyaknya pilihan sifat-sifat produk turunan yang

dihasilkan dan pengaruhnya terhadap ekosistem. Salah satu produk turunan sawit yang paling banyak penggunaannya adalah surfaktan Dietanolamida (DEA).

Kelebihan minyak sawit sebagai bahan baku pembuatan surfaktan adalah bersifat terbarukan (*renewable resources*), bersifat lebih bersih dan lebih murni dibandingkan menggunakan bahan baku berbasis petrokimia (Foster, 1996).

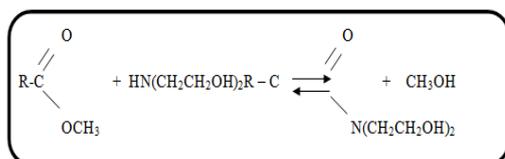
Dietanolamida merupakan surfaktan jenis alkanolamida yang bersifat nonionik, yaitu surfaktan yang tidak bermuatan ketika terlarutkan oleh air yang dapat disintesis melalui dua cara, yaitu: (1) reaksi antara metil ester dengan dietanolamina dengan produk sampingnya berupa metanol, atau (2) reaksi antara asam lemak dengan dietanolamina dengan produk sampingnya berupa air.

Reaksi yang terjadi ini disebut reaksi amidasi. Menurut Billyk *et al.* (1992) perbandingan mol reaktan, suhu dan lama reaksi mempengaruhi jumlah amida lemak yang dihasilkan.

Pada penelitian ini, proses amidasi merupakan reaksi antara metil ester dengan dietanolamina berdasarkan variasi perbandingan mol. Perbandingan mol reaktan antara lain (1:1, 1:2, 2:1, 2:2, 3:1, 3:2) serta penambahan katalis NaOH dengan konsentrasi katalis 1%. Reaksi dilakukan pada suhu 80°C selama 4 jam, katalis yang digunakan adalah

natrium hidroksida (NaOH). Reaksi berlangsung di dalam *hot plate Carousel*. Hal ini dikarenakan perbandingan mol zat pereaksi akan mempengaruhi pergeseran hasil reaksi jika ditinjau dari segi keseimbangan. Pemakaian mol salah satu reaktan dibuat berlebih maka reaksi akan bergeser ke kanan sehingga dietanolamida yang diproduksi juga berlebih.

Maugard, dkk (1998) menyelidiki perubahan komposisi produk disepanjang reaksi dan menemukan jika perbandingan mol yang dibuat berlebih adalah metil ester, maka semakin besar produk yang terbentuk adalah ester. Berkurangnya metil ester asam lemak sejalan dengan terbentuknya amida dan ester di awal reaksi. Pada awal reaksi, baik amida maupun ester akan terbentuk dan setelah 4 jam ester yang terbentuk berubah menjadi amida ester.



Gambar 1. Reaksi Metil Ester dan Dietanolamina untuk Menghasilkan Dietanolamida

Katalis NaOH merupakan katalis heterogen, yaitu katalis yang memiliki fase berbeda dengan reaktan. Fungsi dari katalis NaOH ini adalah untuk memutus ikatan pada metil ester agar mempermudah jalannya reaksi dan dietanolamida yang dihasilkan juga lebih banyak daripada menjalankan proses reaksi tanpa katalis.

Tujuan dari penelitian ini adalah Untuk mengetahui perbandingan reaktan yang optimal pada pembuatan surfaktan dietanolamida ; Untuk mengetahui nilai HLB surfaktan dietanolamida yang dihasilkan dari

rasio mol reaktan yang optimal ; dan Untuk mengetahui produk surfaktan dietanolamida hasil penelitian sesuai dengan literatur dietanolamida komersial.

METODE PENELITIAN

Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Tempat Uji Kompetensi PTKI Medan pada tanggal Januari 2018 s/d Juni 2018. Metode yang dilakukan adalah Analisis bilangan asam, analisis bilangan penyabunan, dan analisis bilangan ester.

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah : *Hot plate Carousel*, tabung *Carousel*, termometer, beker gelas, corong pisah, oven, timbangan, spatula, erlenmeyer, statif dan klem, corong, pendingin balik, kondensor, gelas ukur, FT-IR.

Bahan yang digunakan adalah Metil ester, dietanolamina, dietanolamida, natrium hidroksida (NaOH), normal heksan, KOH 0,1 N, alkohol netral, indikator phenolphthalein 1 %, KOH-Etanolik 0,5 N, asam oksalat, boraks, HCl 0,5 N, alkohol 95 %, aquadest, *tissue*.

Analisa Bilangan Asam

Dietanolamida ditimbang sebanyak ± 2 gram ke dalam erlemeyer 250 ml, kemudian tambahkan alkohol netral sebanyak 10 ml dan tambahkan indikator phenolphthalein 3 tetes. Lalu, sampel dititrasasi dengan menggunakan KOH 0,1 N sampai titik akhir titrasi.

Analisa Bilangan Penyabunan

Dietanolamida ditimbang sebanyak ± 2 gram ke dalam erlemeyer, tambahkan 25 ml larutan KOH-etanolik 0,5 N dengan pipet

volumetrik kemudian pasang pendingin balik dan panaskan 30 menit sambil digoyang-goyang agar rata. Setelah itu tambahkan 3 tetes indikator phenolphthalein dan titrasi dengan larutan asam klorida 0,5 N sampai warna merah muda hilang.

Analisa Bilangan Ester

Bilangan Ester = Bilangan Penyabunan–Bilangan Asam

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil

Dari penelitian yang telah dilakukan didapat data sebagai berikut. Hasil penelitian disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Data Hasil Penelitian

No	Rasio	Bilangan Penyabunan (mg/gr)	Bilangan Asam (mg/gr)	Bilangan Ester (mg/gr)
1	1:1	101,87	0,56	101,31
2	1:2	96,83	2,23	94,60
3	2:1	15,18	1,06	14,12
4	2:2	10,13	2,80	7,33
5	3:1	6,34	2,26	4,08
6	3:2	2,53	1,96	0,57

Untuk penentuan nilai *Hydrophylic Lipophylic Balance* (HLB) dilakukan dengan metode Griffin.

$$HLB = \frac{[(Mr \text{ Hidrofilik}) / (Mr \text{ Hidrofilik} + Mr \text{ Lipofilik})] / 5 \times 100}$$

Untuk nilai HLB diperoleh dari rasio mol yang optimal, yaitu pada perbandingan 3:2 dengan Bilangan Penyabunan (S) = 2,53 mg/gr dan bilangan asam (A) = 1,96 mg/gr.

$$\begin{aligned} HLB &= 20 \left[1 - \frac{S}{A} \right] \\ &= 20 \left[1 - \frac{2,53 \text{ mg/gr}}{1,96 \text{ mg/gr}} \right] \\ &= 20 [1 - 1,2908] \\ &= 20 [0,2908] \\ &= 5,81 \end{aligned}$$

Pembahasan

Berdasarkan hasil penelitian dari pengaruh rasio mol metil ester terhadap dietanolamina dengan rasio mol reaktan (1:1, 1:2, 2:1, 2:2, 3:1, 3:2) diperoleh nilai bilangan asam

masing-masing antara lain (0,56 : 2,23 : 1,06 : 2,80 : 2,26 : 1,96) mg/gr. Karakteristik bilangan asam dietanolamida pada penelitian ini belum semuanya dapat memenuhi standar komersial. Standar bilangan asam untuk dietanolamida komersial adalah 2 (maksimal), hal ini berkaitan dengan penggunaan dietanolamida sebagai bahan aditif dalam produk perawatan tubuh, kosmetik, dan detergen. Bilangan asam yang tinggi akan mempengaruhi polaritas dan busa (*foaming booster*), sehingga menurunkan kualitas produk akhir.

Bilangan penyabunan adalah kemampuan dari kalium hidroksida (KOH) yang dibutuhkan dalam satuan mg untuk menyabunkan 1 gr lemak. Nilai bilangan penyabunan dari hasil penelitian ini yang diperoleh masing-masing antara lain (101,87 : 96,83 : 15,18 : 10,13 : 6,34 : 2,53) mg/gr.

Hasil analisis statistik masing-masing rasio menunjukkan perbedaan yang sangat nyata sehingga dapat disimpulkan bahwa rasio substrat

berpengaruh terhadap proses sintesis surfaktan dietanolamida yaitu rasio 3:2 dengan nilai bilangan ester sebesar 0,57 mg/gr merupakan rasio mol reaktan terbaik. Hal ini disebabkan karena katalis natrium hidroksida (NaOH) mempunyai batasan aktivitas pada jumlah reaktan yang tersedia.

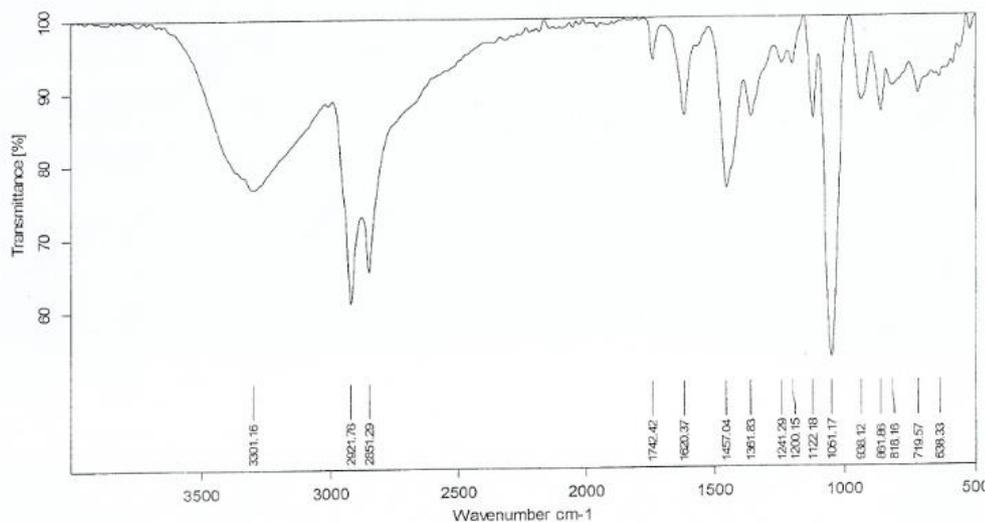
Semakin besar konsentrasi katalis, ikatan metil ester akan semakin mudah terputus sehingga RCO^+ akan semakin mudah terbentuk dan dietanolamida yang dihasilkan akan semakin besar pula. Ion OH^- akan mengikat ion metil membentuk metanol yang merupakan hasil samping dari proses amidasi ini. Natrium hidroksida (NaOH) akan kembali terbentuk pada akhir reaksi amidasi.

Pada surfaktan dietanolamida mempunyai angka penyabunan produk terbaik sebesar 2,53 mg/gr, ini menandakan bahwa sebagian besar metil ester telah berubah menjadi amida. Hidrolisis surfaktan dietanolamida akan menghasilkan ester dan amina. Sehingga bilangan penyabunan akan turun karena terbentuknya senyawa amina. Selama

proses sintesis, untuk melihat kesempurnaan reaksi adalah dengan menganalisis nilai bilangan penyabunannya. Semakin kecil bilangan penyabunan, maka semakin baik proses amidasinya, karena bilangan penyabunan yang kecil menandakan bahwa sisa ester yang belum bereaksi tinggal sedikit dan sudah banyak yang membentuk amida.

Nilai HLB (*Hydrophylic Lipophylic Balance*) produk surfaktan dietanolamida adalah 5,81. Nilai HLB ini menunjukkan bahwa surfaktan dietanolamida dapat digunakan sebagai *emulsifier* air dalam minyak, surfaktan ini dapat larut dalam minyak, dan dipakai untuk membuat emulsi air dalam minyak.

Hasil surfaktan dietanolamida yang diperoleh dianalisis dengan FT-IR untuk melihat ikatan-ikatan amida (N-H) yang terbentuk. Analisis dengan menggunakan FT-IR akan dapat dilihat pada gambar 1, apakah surfaktan tersebut mengandung gugus amida atau tidak. Hal tersebut dapat dilihat dari spektrum infra merah yang menunjukkan antara bilangan gelombang dan % *transmittance*.



Gambar 2. Analisa FT-IR dietanolamida

Amida primer dan amida sekunder menunjukkan suatu pita pada angka gelombang 1650-1515 cm^{-1} (disebut juga pita amida I). Adsorpsi ini meliputi pasangan diantara ikatan N-H dan vibrasi yang lain. N-H juga muncul pada angka gelombang 800-666 cm^{-1} . Pada amida primer, vibrasi N-H berada pada angka gelombang 3520-3400 cm^{-1} . Dari hasil uji spektrum IR surfaktan dietanolamida, maka diduga gugus N-H (ikatan amida I) berada pada jumlah angka 3301,16 cm^{-1} .

Vibrasi ikatan N-H (disebut juga ikatan amida II) dalam larutan berada pada angka gelombang 1620-1590 cm^{-1} . Dari hasil uji spektrum IR surfaktan dietanolamida, maka diduga gugus N-H (ikatan amida II) berada pada angka gelombang 1620,37 cm^{-1} dan gugus C-N berada pada angka gelombang 719,57 cm^{-1} dan 1361,83 cm^{-1} .

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang dilakukan diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Rasio mol reaktan yang optimal pada pembuatan surfaktan dietanolamida adalah 3:2.
2. Nilai HLB surfaktan dietanolamida dari rasio mol yang optimal sebesar 5,81 yang dapat digunakan sebagai *emulsifier* air dalam minyak sesuai standar.
3. nilai bilangan asam yang diperoleh dari produk surfaktan dietanolamida yang optimal adalah 1,96 mg/gr , sesuai standar dietanolamida komersial yaitu maksimal 2.

DAFTAR PUSTAKA

- Bailey, A.E. 1950. *Industrial Oil and Fat Products*. Interscholastic Publishing Inc. New York
- Bird, T., M. A. Nur dan M. Syahri. 1983. *Kimia Fisik*. Bagian Kimia. IPB.
- Boocock, D.G.B., S.K. Konar, V, Mao, C. Lee dan S. Buligan. 1998. *Fast Fomaation of High-Purity Methyl Esters from Vegetable Oils*. J. Am. OilChem. Soc. 75 (9) : 1167-1172.
- Darmoko. D dan M. Cheryan. 2000. *Continous Production of Palm Methyl Ester*. J. Am. Oil Chem. Soc. 77 (12) : 1269-1272
- Filder, F.J. 2001. *Commercial Considerations and Markets for Naturally Derived Biodegradable Surfactants*. Inform 12(12) : 1161-1164.
- Georgiou, G., S. C. Lin dan M.M. Sharma. 1992. *Surface Active Compounds from Microorganisms (Review)*. Bio/ Technol. 10: 60-65
- Hakim, Lukmanul. 2004. *Kajian Proses Surfaktan Dietanolamida dari Asam Lemak C12 Minyak Inti Sawit (PKO)*. Institute Pertanian Bogor.
- Herawan, T., A.R. Rakmi dan P. Guritno. 1996. *Pembuatan Karbohidrat Ester Sebagai Biosurfaktan secara Enzimatik*. Warta PPKS , 6 (2) : 85-91.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. UI Press, Jakarta.
- Koto, Z.S. 1992. *Pembuatan Senyawa Epoksi Metil Ester Asam Lemak Dari Fraksi Olein Minyak Sawit*. Fakultas Teknologi Pertanian. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Lamberti, Vincent, dkk. 1968. *Process for The Preparation of Amides*. United States Patent Office, New York.

- Nuryanto, E., T. Haryati, dan J. Elisabet. 2002. *Pembuatan Fatty Amida Dari ALSD Untuk Produksi Detergen Cair dan Shampoo*. Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian, Departemen Pertanian.
- Poeloengan, Z., L.Buana, dan Darnoko, 2000. *Potensi Pengembangan Industri Hilir Kelapa Sawit di Indonesia*. WARTA PPKS Medan.