

PEMBUATAN SURFAKTAN DARI MINYAK KELAPA MURNI (VCO) MELALUI PROSES AMIDASI DENGAN KATALIS NaOH

Astri Probowati, Paradigma Carlo Giovanni, Diyono Ikhsan *)

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro Jln. Prof. Sudharto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460058

Abstrak

Penggunaan minyak kelapa sebagai surfaktan memiliki beberapa kelebihan, antara lain bersifat terbarukan (renewable resources), lebih bersih (cleaner) dan lebih murni dibandingkan menggunakan bahan baku berbasis petrokimia. Maka dari itu diperlukan kajian untuk memperoleh surfaktan yang mempunyai dua kriteria tersebut. Salah satu surfaktan yang memenuhi kedua kriteria tersebut adalah surfaktan dietanolamida.

Bahan yang digunakan untuk pembuatan metil ester adalah VCO dan methanol dengan katalis H_2SO_4 sedangkan bahan yang digunakan untuk proses amidasi adalah metil ester dari VCO dan dietanolamina dengan katalis NaOH. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah labu leher tiga, pendingin balik, magnetic stirrer, heater, waterbath, statif dan klem.

Dari hasil penelitian didapat konversi yang paling tinggi yaitu pada perbandingan mol metil ester:dietanolamina 1:2 yaitu sebesar 71,4% dan berat katalis 1% dengan perbandingan mol 1:1.25 sebesar 70,8%. Dapat disimpulkan bahwa semakin besar perbandingan reaktan dan berat katalis maka makin besar pula konversi Jurnal Teknologi Kimia dan Industri, Vol. 1, No. 1, Tahun 2012, Halaman 424-432

Kata kunci: minyak kelapa murni, surfaktan, katalis NaOH, amidasi.

Abstract

The used of coconut oil of surfactant has several advantages, among others, are renewable resources, cleaner, and more pure than the used of petrochemical-based raw materials. Thus the necessary research to obtain a surfactant that has those criteria. One of the surfactant that meet both criteria is diethanolamide surfactant.

The materials used for the manufacture of methyl ester is VCO and methanol with a catalyst H_2SO_4 while the materials used for the amidation are methyl ester from VCO, and diethanolamine with catalyst NaOH. The tools used in this research are tree neck flask, cooling loop, magnetic stirrer, waterbath, stative and clamps.

From the research results obtained at high conversion, namely the mole ratio of methyl ester: diethanolamine 1:2 that is equal to 71,4% and percent weight of catalyst is 1% with mole ratio 1:1.25 is 70,8%. From this research can be concluded the greater the mole ratio of the reactant and percent weight of the catalyst then the greater the resulting conversion.

Keyword: Virgin Cconut Oil, surfactant, Catalyst NaOH, amidation.

*) Penulis Penanggung Jawab (Email: diyonoi@undip.ac.id)



1. Pendahuluan

Potensi Indonesia sebagai produsen surfaktan yang disintesa dari asam lemak minyak kelapa sangat besar, mengingat produksi minyak kelapa Indonesia yang mengalami peningkatan dari tahun ke tahun. Kandungan asam laurat yang tinggi pada minyak kelapa murni berpotensi untuk dibuat surfaktan.

Tabel 2.1. Komposisi Asam Lemak Minyak Kelapa Murni

Asam Lemak	Rumus Kimia	Jumlah (%)
Asam Kaproat	C5H11 COOH	0,20
Asam Kaprilat	С7Н17 СООН	6,10
Asam Kaprat	С9Н19 СООН	8,60
Asam Laurat	C11H23 COOH	50,50
Asam Miristat	C13H27 COOH	16,18
Asam Palmitat	C15H31 COOH	7,50
Asam Stearat	С17Н35 СООН	1,50
Asam Arachidat	С19Н39 СООН	0,02
Asam Palmitoleat	C15H29 COOH	0,20
Asam Oleat	С17Н33 СООН	6,50
Asam Linoleat	С17Н31 СООН	2,70

Penggunaan minyak kelapa sebagai surfaktan memiliki beberapa kelebihan, antara lain bersifat terbarukan (renewable resources), lebih bersih (cleaner) dan lebih murni dibandingkan menggunakan bahan baku berbasis petrokimia.

Surfaktan merupakan suatu molekul yang sekaligus memiliki gugus hidrofilik dan gugus lipofilik sehingga dapat mempersatukan campuran yang terdiri dari air dan minyak. Surfaktan adalah bahan aktif permukaan. Molekul surfaktan memiliki bagian polar yang suka akan air (hidrofilik) dan bagian non polar yang suka akan minyak/lemak (lipofilik).

Seiring dengan meningkatnya kesadaran akan kesehatan dan lingkungan yang baik, permintaan surfaktan yang mudah terdegradasi dan berbasis tumbuhan juga semakin meningkat (Holmberg, 2001). Maka dari itu diperlukan kajian untuk memperoleh surfaktan yang mempunyai dua kriteria tersebut yaitu diperoleh dari bahan baku yang dapat diperbaharui (renewable) dan bersifat degradatif di alam sehingga dapat diterima secara ekologis. Salah satu surfaktan yang memenuhi kedua kriteria tersebut adalah surfaktan dietanolamida.

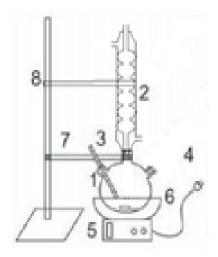
Tujuan dari penelitian ini adalah membuat surfaktan dietanolamida dari minyak kelapa murni (VCO) dengan proses amidasi, mengkaji pengaruh rasio mol pereaktan metil ester : dietanolamina terhadap surfaktan yang dihasilkan, dan mengkaji pengaruh persen berat katalis terhadap surfaktan yang dihasilkan.

2. Bahan dan Metode Penelitian

Bahan yang digunakan untuk pembuatan metil ester adalah VCO dan methanol dengan katalis H_2SO_4 sedangkan bahan yang digunakan untuk proses amidasi adalah metil ester dari VCO dan dietanolamina dengan katalis NaOH. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah labu leher tiga, pendingin balik, magnetic stirrer, heater, waterbath, statif dan klem.

^{*)} Penulis Penanggung Jawab (Email: diyonoi@undip.ac.id)





Keterangan alat:

- 1. Labu leher tiga
- 2. Pendingin balik
- 3. Termometer
- 4. Pemanas listrik
- 5. Magnetic stirrer
- 6. Waterbath
- 7. Klem
- 8. Statif

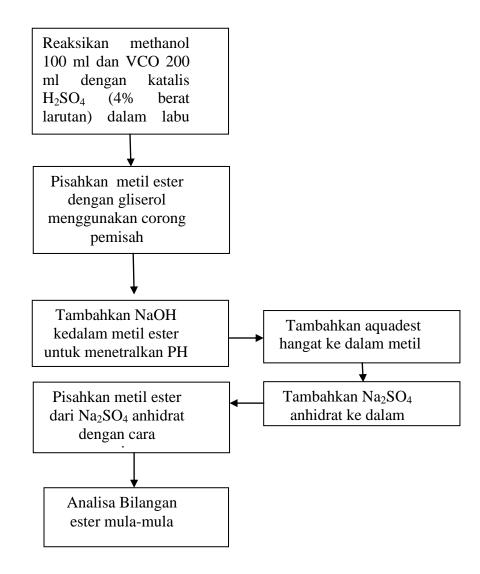
Minyak kelapa (VCO) sebanyak 200 ml, direaksikan dengan methanol 100 ml yang telah dicampur dengan H₂SO₄ (4%berat larutan) didalam reaktor batch (labu leher tiga) yang dilengkapi dengan *waterbath*, campuran diaduk dengan *magnetic stirrer*, skala pengadukan pada magnetic stirer 9 (reaksi transesterifikasi). Reaksi ini dilakukan pada suhu 60 °C selama 2 jam. Setelah proses transesterifikasi selesai, metil ester yang telah dipisahkan dari gliserol dengan menggunakan corong pemisah dinetralkan pH nya menggunakan NaOH, aquadest hangat ditambahkan ke dalam metil ester agar sisa metanol, gliserol, dan pengotor-pengotor lainnya terpisah dari metil ester. Terakhir, Na₂SO₄ anhidrat ditambahkan ke dalam metil ester agar air yang masih tersisa dapat diserap. Na₂SO₄ kemudian dipisahkan dari metil ester dengan cara penyaringan. Lalu dianalisa bilangan ester mula-mula. Metil ester yang diperoleh, kemudian digunakan pada proses amidasi untuk memperoleh metil ester

Pada proses amidasi, metil ester direaksikan dengan dietanolamina dengan rasio berat pereaktan dietanolamina: metil ester divariasi (1:1, 1.25:1, 1.5:1, 1.75:1 dan 2:1) serta penambahan katalis NaOH, dengan konsentrasi katalis divariasi (0.25%, 0.5%, 0.75%, 1%, 2%). Reaksi diakukan pada suhu 160 °C selama 3 jam, katalis yang digunakan adalah Natrium Hidroksida (NaOH). Reaksi berlangsung didalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan *waterbath*, campuran diaduk dengan *magnetic strirrer* skala pengadukan pada magnetic stirer 9. Dietanolamida yang terbentuk dianalisis bilangan ester sisa.

^{*)} Penulis Penanggung Jawab (Email: diyonoi@undip.ac.id)



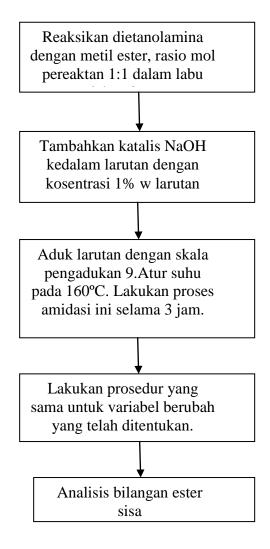
TAHAP ESTERIFIKASI



^{*)} Penulis Penanggung Jawab (Email: diyonoi@undip.ac.id)



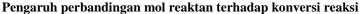
TAHAP AMIDASI

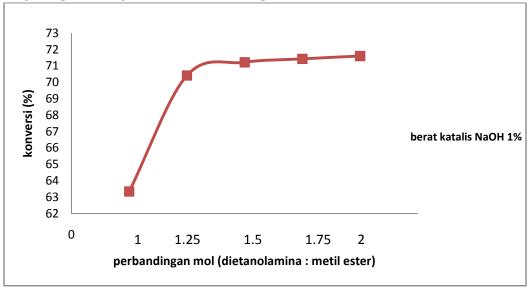


^{*)} Penulis Penanggung Jawab (Email: diyonoi@undip.ac.id)



3. Hasil dan Pembahasan





Grafik 1. Pengaruh Konversi terhadap Perbandingan mol reaktan (dietanolamina : metil ester)

Berdasarkan grafik hasil percobaan, dapat dilihat bahwa semakin besar perbandingan mol reaktan maka konversi yang dihasilkan semakin tinggi. Konversi pada perbandingan mol metil ester dan dietanolamina 1:1 sebesar 63,34% kemudian konversi meningkat pada perbandingan mol 1:1,25 sebesar 70,8%.

Untuk perbandingan mol 1:1,5 konversinya sebesar 71,06%, sedangkan perbandingan mol metil ester : dietanolamina 1:1,75 konversinya sebesar 71,3%. Konversi paling tinggi dihasilkan pada perbandingan mol metil ester : dietanolamina %; 1:2 yang memiliki konversi sebesar 71,4%.

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 bertambah. (Hilyati dkk, 2004)

Ditinjau dari mekanisme reaksi amidasi metil ester dengan dietanolamina dengan katalis NaOH

```
 \begin{array}{c} RCOOCH_3 + NaOH \rightarrow RCOONa + CH_3OH & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ... & ...
```

Reaksi kedua adalah reaksi antara RCOONa dengan dietanolamina $(NH(C_2H_4OH)_2)$. Ini merupakan reaksi utama dari pembentukan dietanolamida. Dietanolamina terionisasi lalu beraksi dengan RCOONa. Berikut mekanisme reaksinya:

```
RCOONa \rightarrow RCO^{+} + NaO^{-}
NH(C_{2}H_{4}OH)_{2} \rightarrow N(C_{2}H_{4}OH)_{2}^{-} + H^{+}
RCO^{+} + N(C_{2}H_{4}OH)_{2}^{-} \rightarrow RCON(C_{2}H_{4}OH)_{2}
NaO^{-} + H^{+} \rightarrow NaOH
RCOONa + NH(C_{2}H_{4}OH)_{2} \rightarrow RCON(C_{2}H_{4}OH)_{2} + NaOH
```

Pada reaksi kedua ini dapat ditinjau bahwa pemakaian dietanolamina berlebih (excess) akan mempengaruhi terbentuknya dietanolamida. Reaksi yang berperan dalam pembentukan dietanolamida adalah :

$$RCO^+ + N(C_2H_4OH)_2^- \rightarrow RCON(C_2H_4OH)_2$$

^{*)} Penulis Penanggung Jawab (Email: diyonoi@undip.ac.id)

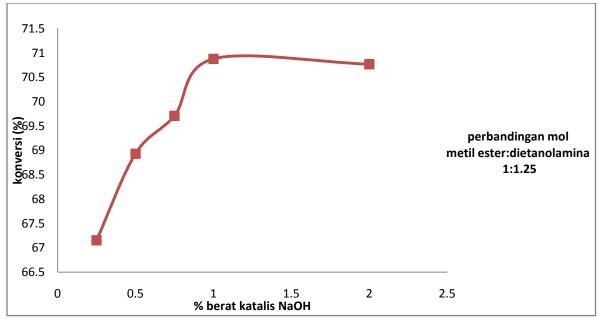


Ion $N(C_2H_4OH)_2^-$ merupakan ionisasi dari dietanolamina yang melepas H^+ . Pada reaksi ini, keberadaan ion $N(C_2H_4OH)_2^-$ sangat berpengaruh dalam pembentukan dietanolamida.

Dalam proses amidasi, sangat penting sekali menggunakan dietanolamina yang berlebih (excess) selama proses reaksi. Setidaknya dibutuhkan perbandingan mol antara dietanolamina: metil ester adalah 1.1:1, semakin tinggi perbandingan mol semakin baik proses berjalan ("Process for the preparation of amides", US Patent, 1986).

Maugard, dkk. (1998) menyelidiki perubahan komposisi produk disepanjang reaksi dan menemukan jika perbandingan mol yang dibuat berlebih adalah metil ester, maka sebagian 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 telah terbentuk, dan setelah 3 jam ester yang terbentuk berubah menjadi amida ester.

Pengaruh % berat katalis NaOH terhadap konversi reaksi



Grafik 2. Pengaruh konversi terhadap % berat katalis NaOH

Dari grafik dapat dilihat bahwa semakin besar persen berat katalis maka akan semakin besar pula konversinya. Dari grafik didapatkan bahwa untuk persen berat katalis 0.25% didapat konversi sebesar 67.1%. Pada berat katalis 0.5% konversi yang diperoleh adalah 68.9%. Konversi semakin meningkat pada berat katalis 0.75% konversi sebesar 69.7%.

Konversi mencapai titik maksimum pada berat katalis 1% konversi yang dihasilkan 70.9% dan untuk 2% berat katalis didapat konversi sebesar 70.8%. Pada variabel persen berat katalis antara 1% sampai 2% konversi menurun sekitar 0.1%. Penurunan ini bukan merupakan penurunan yang signifikan.

Katalis NaOH merupakan katalis homogen. Yaitu katalis yang memiliki fase yang sama 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 ("Process for the preparation of amides". US Patent. 1986).

Jika konsentrasi katalis terlalu rendah, maka kemungkinan berlangsungnya reaksi juga semakin lamban karena kemampuan katalis untuk memutus ikatan pada metil ester agar bereaksi dengan dietanolamina juga berkurang (Lukmanul Hakim, 2005).

^{*)} Penulis Penanggung Jawab (Email: diyonoi@undip.ac.id)



Ditinjau dari mekanisme reaksi amidasi metil ester dengan dietanolamina dengan katalis NaOH

 $RCOOCH_3 + NaOH \rightarrow RCOONa + CH_3OH(1)$

 $RCOONa + NH(C_2H_4OH)_2 \rightarrow RCON(C_2H_4OH)_2 + NaOH$ (2)

 $RCOOCH_3 + NaOH + NH(C_2H_4OH)_2 \rightarrow RCON(C_2H_4OH)_2 + CH_3OH + NaOH$

Metil ester katalis dietanolamina dietanolamida metanol katalis

Katalis NaOH memecah ikatan metil ester terjadi pada tahap pertama reaksi. Pada tahap pertama, katalis NaOH terionisasi memecah ikatan metil ester. Ion Na⁺ berikatan dengan gugus ester sedangkan ion OH⁻ berikatan dengan gugus metil membentuk methanol. Mekanisme reaksi pertama:

 $RCOOCH_3 \rightarrow RCOO^- + CH_3^+$

 $NaOH \rightarrow Na^{+} + OH^{-}$

 $RCOO^- + Na^+ \rightarrow RCOONa$

 $CH_3^+ + OH^- \rightarrow CH_3OH$

RCOOCH₃ + NaOH → RCOONa + CH₃OH

NaOH bersifat basa kuat dan mudah terionisasi. Sehingga memberikan keuntungan dalam proses reaksi, ion Na⁺ akan mengikat ion ester menjadi RCOONa yang akan bereaksi dengan dietanolamina.

Reaksi pembentukan dietanolamida terjadi pada reaksi kedua dimana ion RCO^+ bereaksi dengan ion $N(C_2H_4OH)_2^-$ membentuk dietanolamida.

$$RCO^+ + N(C_2H_4OH)_2^- \rightarrow RCON(C_2H_4OH)_2$$

RCO⁺ disini merupakan hasil pemutusan ikatan metil ester oleh katalis NaOH. Membentuk RCOONa yang terionisasi menjadi RCO⁺ dan NaO⁻. RCO⁺ berperan dalam pembentukan dietanoamida.

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 methanol yang merupakan hasil samping dari proses amidasi ini. NaOH akan kembali terbentuk pada akhir reaksi amidasi.

4. Kesimpulan

- 1. Penelitian ini adalah pembuatan surfaktan nonionik dietanolamida dari metil ester yang berbahan baku virgin coconut oil dan dietanolamina. Pengaruh variabel yang ditinjau adalah perbandingan mol reaktan dan persen berat katalis.
- 2. Pengaruh variabel perbandingan mol pada proses amidasi ini adalah semakin besar perbandingan mol antara dietanolamina: metil ester, maka konversi yang dihasilkan semakin tinggi. Hal ini sesuai dengan reaksi pembentukan dietanolamida yang melibatkan ion N(C₂H₄OH)₂ yang didapat dari ionisasi dietanolamina. Konversi yang jika ditinjau dari efisiensi penggunaan reaktan maka yang terbaik adalah pada perbandingan dietanilamina:metil ester 1,25:1
- 3. Pada variabel berat katalis, dapat disimpulkan bahwa semakin besar berat katalis, maka konversi yang dihasilkan semakin tinggi. Konversi terbaik yaitu pada berat katalis 1%. Pengaruh ini dapat ditinjau dari reaksi pembentukan dietanolamida yang melibatkan ion RCO⁺ yang didapat dari pemutusan ikatan metil ester oleh NaOH

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih disampaikan pada Jurusan Teknik Kimia Universitas Diponegoro yang telah membantu penelitian ini, dan pada bapak Ir. Diyono Ikhsan, S.U. selaku dosen pembimbing penelitian.

^{*)} Penulis Penanggung Jawab (Email: diyonoi@undip.ac.id)



Daftar Pustaka

Ambarsari, Indrie. 2003. Pengaruh Jenis dan Konsentrasi Katalis Pada Proses Pembuatan Surfaktan Dietanolamida Berbasis Asam Lemak dari Minyak Inti Sawit. Institute Pertanian Bogor.

Amidation Mechanism. 2005. http://www.wikimediacommons.com

APCC. 2002. Perkembangan Komoditi Kelapa dan Kerjasama Melalui Asian and Pacific Coconut Community.

Bailey, A.E. 1950. Industrial Oil and Fat Products. Interscholastic Publisting Inc, New York.

Barus, Rosbina. 2009. Amidasi Etil P-Metoksisinamat yang Diisolasi dari Kencur (Kaempferia Galanga, Linn). Universitas Sumatera Utara, Medan.

Bird, T., M.A. Nur dan M. Syahri. 1983. Kimia Fisik. Bagian Kimia IPB, Bogor

Chemistry, org. 1999. Tipe-tipe Katalis. http://www.chem-is-try.ddo.ip

Chemrez Inc. 2001. Oleochemical Coco-Diethanolamide. http://www.chemrez.com

City collegiate. 2001. Factors Affecting Rate of a Chemical Reaction. http://www.citycollegiate.com

Daniel, dkk. 2010. Pembuatan Senyawa Bahan Surfaktan dari Minyak Kemiri dengan Cara Reaksi Interesterifikasi Diikuti Reaksi Amidasi. Fakultas Kedokteran Unmul.

DuPont.2000. Catalyst. http://www.dupont.com

EPA.2002. Diethanolamide-Hazard Summary. http://www.cpa.gov

Fosfa.2001.Lauric Oil Resources http://www.fosfa.org

Fessenden. R. J. dan J. Fessenden. 1999. "Kimia Organik". Edisi Ketiga. Jilid 2. Jakarta Erlangga.

Holdiko.2001. Fatty Acids. http://www.holdiko.com

Hakim, Lukmanul. 2004. Kajian Proses Produksi Surfaktan Dietanolamida dari Asam Lemak C12 Minyak Inti Sawit (Parm Kern Oil). Institute Pertanian Bogor.

Hiyalti, Wuryaningsih, dkk. 2004. Penentuan Kondisi Optimum Alkil Monoetanolamida dari Minyak Inti Sawit. Pusat Penelitian LIPI Serpong.

Ketaren, S.1986. Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan. UI Press, Jakarta

Kirk, R.E, and D.F. Othmer. 1954. Encyclopedia of Chemical Technology. 2nd ed. AOCS Press, Champaign, Illinois.

Lamberti, Vincent, dkk. 1968. Process For The Preparation of Amides. United States Patent Office, New York.

Mappiratu dan Ijirana. 2009. Penelitian Pembuatan Metil Ester Asam Lemak Rantai Sedang dan Panjang dan Pemurnian Gliserol dari Minyak Kelapa Murni. Universitas Tadulaku.

Rita, Tania, dkk. 2008. Isolasi Metil Laurat dari Minyak Kelapa Sebagai Bahan Baku Surfaktan Fatty Alcohol Sulfate (FAS). Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.

Sharma, Jitender, dkk. 2005. Enzymatic Chemoselective Synthesis of Secondary – Amide Surfactant fron N-Methylethanol Amine. Toyama Prefectual University, Japan.

Tarigan, P. 1983. Kimia Organik Bahan Makanan. Alumni, Bandung.

Widiyarti, Galuh, dkk. 2007. Pengaruh Konsentrasi Katalis dan Perbandingan Molaritas Reaktan pada Sintesis Senyawa Alpha Monolaurin. PUSPIPTEK Serpong, Tangerang.

Yuliani, Fitri, dkk. 2005. Pengaruh Katalis Asam dan Suhu Reaksi pada Reaksi Esterifikasi Minyak Biji Karet (Hevea brasiliensis) menjadi Biodiesel. Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya.

^{*)} Penulis Penanggung Jawab (Email: diyonoi@undip.ac.id)