

PEMBUATAN SABUN DALAM BENTUK POLIOL DARI MINYAK BIJI KELOR (*Moringa oleifera*)

Eka Putri Jayanthi Sihombing^{1*}, Daniel Tarigan² dan Saibun Sitorus²

¹Laboratorium Organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

²Jurusan Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

*Corresponding Author: eka_siho@yahoo.com

ABSTRACT

Polyol compounds obtained by epoxidation dan hydroxylation, the results obtained with the reaction yield of 69.23%. Potassium soap mixture in the form of a polyol obtained by saponification polyol with Potassium Hydroxide with a yield of 70.36%. Polyol and potassium soap in the form of a polyol mixture was analyzed by FT-IR spectrophotometer. Respectively iodine from moringa seed oil and polyol are 107.3769 mg I / gram of oil and 4.6755 mg I / gram of oil. HLB of fatty acid potassium soap of moringa seed oil and potassium soap in the form of a mixture of polyol is determined by titration method and obtained HLB of fatty acid potassium soap of moringa seed oil amounted to 5,2178 while the potassium soap in the form of a polyol mixture of 8,4767. Free alkalinity of soap potassium mixture in the form of a polyol is 0.551%. Based on the stability and strength of the foam test, the concentration of potassium soap mixture in the form polyols having the most excellent foam stability is 1% and which has the best strength is 1%.

Keywords: *moringa seed oil, epoxidation, polyol, saponification*

PENDAHULUAN

Minyak dan lemak sangat luas penggunaannya, baik sebagai bahan baku lemak dan minyak yang dapat dikonsumsi (*edible oil*) maupun sebagai bahan oleokimia. Produk-produk oleokimia antara lain dipergunakan sebagai surfaktan, deterjen, polimer, aditif bahan makanan, campuran bahan bakar biodiesel dan sebagainya. Penggunaan terbesar dari gliserol adalah industri farmasi seperti obat-obatan, kosmetika dan makanan (50% dari total penggunaan). Sedangkan untuk asam lemak penggunaannya adalah dengan mengubahnya menjadi alkohol asam lemak, amida, garam asam lemak dan juga plastik termasuk nilon (hampir 40% dari total penggunaannya)². Bahan kimia surfaktan mempunyai peranan penting sebagai emulsifier (industri kosmetik, industri makanan dan industri minuman), pelarut obat (industri farmasi), penyempurna dalam penyebaran warna kain (industri tekstil) dan pelunak kulit (industri penyamakan kulit)¹. Banyaknya industri emulsifier menyebabkan semakin meningkatnya penggunaan asam lemak sebagai bahan baku dalam industri sabun (Tambun, 2008)³.

Pada saat ini pemanfaatan sabun sebagai pembersih kulit makin menjadi terkenal dan beragam. Keragaman sabun yang dijual secara komersial terlihat pada jenis, warna, wewangian dan manfaat yang ditawarkan. Sabun terbentuk melalui

reaksi saponifikasi antara asam lemak dan alkali (Bayubiru, 2008).

Berdasarkan uraian diatas maka penelitian ini dilakukan untuk memanfaatkan asam lemak tak jenuh dari minyak biji kelor sebagai bahan pembuatan sabun dalam bentuk polioliol dari minyak biji kelor (*Moringa oleifera*).

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pipet volume, gelas ukur, gelas beker, serangkaian alat sokletasi, serangkaian alat refluks, rotari evaporator, labu takar, Erlenmeyer, buret, neraca analitik, corong kaca, pipet tetes, oven, hot plate, corong pisah, spektroskopi FT-IR.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak biji kelor (*Moringa oleifera*), n-Heksana teknis, asam asetat glasial (CH₃COOH), hidrogen peroksida (H₂O₂) 30%, H₂SO₄ 98%, Na₂SO₄ anhidrat, Dietil eter, Padatan KOH, indikator fenoltalein, larutan Na₂S₂O₃, larutan KOH, Kloroform, aquades, amilum, asetat anhidrida, KI 15%, Iod Hanus.

Prosedur Penelitian

1. Ekstraksi Biji Kelor

Pada tahap persiapan bahan baku pertama-tama biji kelor dikupas kulitnya, dikeringkan dan dihaluskan. Kemudian proses selanjutnya dimaserasi, dimana sampel yang telah halus dimasukkan ke dalam botol gelap dan ditambahkan pelarut n-heksan sampai sampel terendam. Setelah itu, botol ditutup dan didiamkan selama 2 x 24 jam.

Alat rotarievaporator dirangkai hingga siap dioperasikan. Larutan sampel biji kelor dari hasil maserasi dimasukan ke dalam labu. Alat rotarievaporator dinyalakan dan atur temperatur sesuai titik didih pelarut yang dipakai. Pompa vakum dinyalakan dan ditunggu hingga semua pelarut yang ada dalam larutan sampel biji kelor habis. Sehingga dihasilkan residu yang tertinggal didalam labu yang merupakan minyak biji kelor.

2. Pembuatan Metil Ester dari Minyak Biji Kelor

Sebanyak 50 gram minyak biji kelor dimasukkan ke dalam labu alas datar leher tiga yang dihubungkan dengan alat refluks yang dilengkapi dengan magnetik stirer dan es pendingin untuk labu. Kemudian sambil diaduk dengan magnetik stirer ditambahkan campuran metanol (ratio mol 6:1) dengan H₂SO₄ 4% b/b minyak biji kelor secara perlahan-lahan selama 240 menit pada suhu 55°C. Setelah proses esterifikasi selesai, hasil refluks dimasukkan ke dalam corong pisah, lalu didiamkan hingga terbentuk 2 fase. Diperoleh 2 lapisan, lapisan atas metil ester dan lapisan bawah gliserol. Tahap selanjutnya lapisan bawah dibuang dan menghilangkan sisa-sisa katalis, pelarut, pengotor dan gliserol yang tertinggal. Metil ester yang diperoleh kemudian ditambahkan Na₂SO₄ anhidrat untuk menghilangkan kandungan airnya disaring, kemudian di rotarievaporator dan dianalisis kandungan asam lemak minyak biji kelor dengan pengujian kromatografi gas atau *gas chromatography* (GC)

3. Pembuatan Poliol Campuran dari Minyak Biji Kelor

Ke dalam labu alas bulat leher tiga dimasukkan 90 ml asam asetat glasial 100%, kemudian ditambahkan 30 mL H₂O₂ 30%. Lalu campuran diaduk dengan menggunakan magnetik stirer. Kemudian melalui corong penetes, secara perlahan-lahan ditambahkan 100 g minyak biji kelor dan dipertahankan suhunya pada 40-50°C sambil diaduk selama 2 jam lalu campuran didiamkan selama 1 malam dalam corong pisah. Larutan hasil reaksi akan terbentuk dua lapisan,

yaitu lapisan bawah dibuang dan lapisan atas ditambah 250 mL dietil eter. Kemudian larutan dicuci dengan menggunakan aquades. Hasil pencucian dikeringkan dengan Na₂SO₄ anhidrous kemudian disaring. Selanjutnya filtrat diidentifikasi melalui analisis spektroskopi FT-IR dan diikuti analisis penentuan bilangan iodin.

4. Pembuatan Sabun Kalium Campuran dalam bentuk Poliol

Sebanyak 33,6 gram larutan poliol dimasukkan ke dalam labu alas kemudian ditambahkan 7 gram KOH yang telah dilarutkan kedalam 10 mL alkohol 95%. Campuran ini direfluks selama 1 jam pada suhu 70-75 °C. Produk dituangkan ke dalam larutan NaCl jenuh dan diaduk selama 15 menit lalu disaring kemudian residu dibilas dengan alkohol 70% dan produk dikeringkan di dalam oven pada suhu 80°C. Untuk menentukan strukturnya dilakukan analisis spektrokopi FT-IR, dilanjutkan dengan uji *Hydrophilic Lipophilic Balance* (HLB) sedangkan karakterisasinya dengan menentukan uji kekuatan dan stabilitas busa yang dibandingkan dengan sabun asam lemak dari minyak biji kelor.

5. Penentuan Bilangan Iodin

Analisis ini dilakukan terhadap Minyak Biji Kelor (*Moringa oleifera*) dan senyawa Poliol. Sampel ditimbang sekitar 0,3–0,4 gram, kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer. Sebanyak 10 mL kloroform dan 30 mL larutan Hanus ditambahkan ke dalam sampel. Larutan disimpan selama 30 menit ditempat gelap. Selanjutnya ditambahkan 10 mL larutan KI 15% dan 100 mL aquadest. Larutan dititrasi dengan menggunakan larutan natrium tiosulfat 0,1 N sampai terjadi perubahan warna kekuning-kuningan. Ditambahkan 1-2 mL larutan amilum dan dititrasi kembali dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N sampai warna berubah menjadi jernih. Dengan cara yang sama dilakukan terhadap larutan blanko.

6. Penentuan Bilangan Asam

Analisis ini dilakukan terhadap sabun dalam bentuk Poliol dan Kalium Asam Lemak dari Minyak Biji Kelor (*Moringa oleifera*). Sebanyak 0,1 gram sampel dimasukkan kedalam gelas Erlenmeyer. Kemudian ditambah 10 ml larutan alkohol netral. Erlenmeyer tersebut ditutup dengan plastik dan dipanaskan sampai mendidih. Larutan tersebut didinginkan dan ditambahkan 3 tetes indikator Fenolptalein dan dititrasi dengan larutan KOH 0,02 N sampai terbentuk warna merah muda. Volume KOH yang digunakan dicatat dan dihitung bilangan asam.

7. Penentuan Bilangan Penyabunan

Analisis ini dilakukan terhadap Sabun dalam bentuk Poliol dan Kalium Asam Lemak dari Minyak Biji Kelor (*Moringa oleifera*). Ditimbang 0,1 gram sampel dan dimasukkan ke dalam gelas Erlenmeyer. Kemudian ditambahkan 25 mL larutan KOH-alkohol 0,5 N dan direfluks selama 30 menit. Didinginkan dan ditambah 3 tetes indikator fenolftalein kemudian dititrasi dengan larutan HCl 0,5 N hingga warna merah lebayung hilang. Dilakukan titrasi terhadap larutan blanko pada kondisi sama. Dicatat volume HCl 0,5 N yang dipakai dan dihitung bilangan penyabunan.

8. Penentuan Hidrophilic Lipophilic Balance (HLB)

Analisis ini dilakukan terhadap Sabun dalam bentuk Poliol dan Kalium Asam Lemak dari Minyak Biji Kelor (*Moringa oleifera*). Harga HLB dapat diperoleh dari bilangan asam dan bilangan penyabunan dari senyawa ester dengan menggunakan rumus:

$$HLB = 20 (1-S/A)$$

Keterangan:

S = Bilangan penyabunan

A = Bilangan asam

9. Penentuan Alkalinitas Bebas

Analisis ini dilakukan untuk Sabun dalam bentuk Poliol dan Kalium Asam Lemak dari Minyak Biji Kelor (*Moringa oleifera*). Sebanyak 1 gram sabun dilarutkan dalam 20 mL alkohol netral panas dan ditambahkan 4 mL larutan BaCl₂ 10%. Kemudian ditambahkan 2 tetes indikator fenolftalein. Perubahan warna merah muda dari larutan menunjukkan adanya alkali bebas. Larutan dititrasi dengan HCL 0,1N sampai warna merah muda hilang. Alkalinitas bebas dapat dihitung.

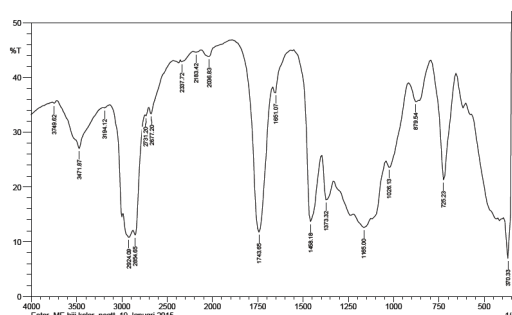
10. Penentuan Kekuatan dan Stabilitas Busa

Analisis ini dilakukan untuk Sabun dalam bentuk Poliol dan Kalium Asam Lemak dari Minyak Biji Kelor (*Moringa oleifera*). Sebanyak 5 mL larutan sabun 0.2%; 0.4%; 0.6%; 0.8%; dan 1% dimasukkan kedalam gelas ukur 10 mL lalu ditutup. Larutan dikocok selama 3detik dengan menggunakan alat shaker. Volume busa dicatat setelah 30 detik (V₀) dan 3 menit (V₃). Stabilitas busa ditunjukkan sebagai perbandingan (rasio) dari volume busa pada 3 menit dan 30 detik.

HASIL DAN PEMBAHASAN

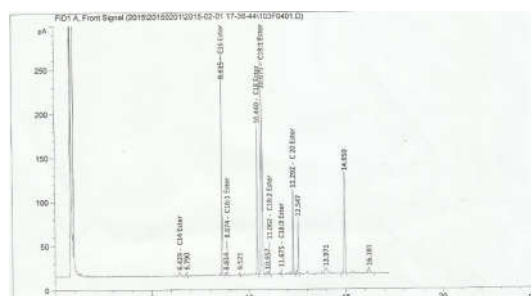
Simplisia Biji Kelor (*Moringa oleifera*) yang kering sebanyak 4.804 gram dihaluskan, kemudian dimasukkan ke dalam botol gelap untuk dilakukan maserasi dengan pelarut *n*-heksana dan menghasilkan 1.389 gram minyak biji kelor. Sehingga rendemen minyak yang dihasilkan sebesar 28,913 %.

Dari proses esterifikasi yang dilakukan menghasilkan rendemen metil ester sebesar 88%, berwarna kuning pucat dan berbau. Hasil esterifikasi kemudian dianalisa dengan spektroskopi FT-IR untuk mengontrol proses sintesis yang telah dilakukan, sehingga didapatkan spektrum FT-IR sebagai berikut.



Gambar 1. Spektrum FT-IR Metil Ester Asam Lemak dari Minyak Biji Kelor Setelah Proses Esterifikasi

Kemudian metil ester yang diperoleh dianalisa dengan kromatografi gas untuk menentukan kandungan dan kadar metil ester asam lemak yang ada di dalam minyak biji kelor.



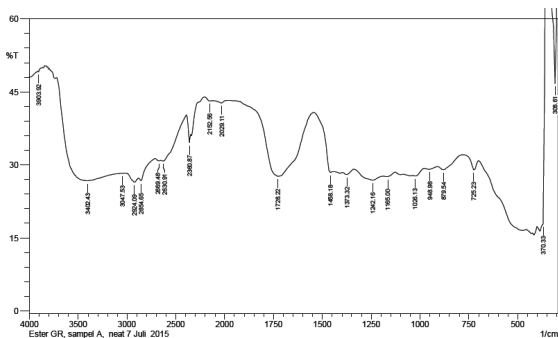
Gambar 2. Kromatogram dari Hasil Analisa Kromatografi Gas Pada Metil Ester Asam Lemak Minyak Biji Kelor antara Waktu Retensi dengan Tinggi Puncak

Dari kromatogram di atas, dapat dilihat bahwa minyak biji kelor memiliki kandungan dua jenis asam lemak berdasarkan ikatan rangkapnya yaitu asam lemak jenuh dan asam lemak tidak jenuh.

1. Asam lemak jenuh, antara lain asam miristat 0,4444%, asam palmitat 7,2041%, asam stearat 5,2429%, asam arakhidat 3,4183%.
2. Asam lemak tidak jenuh, yaitu asam palmitoleinat 1,0274%, asam oleat 70,7167%, asam linoleat 1,0065%, asam linolenat 0,1825%.

Sebanyak 50 gr minyak biji kelor diepoksidasi dan dilanjutkan dengan proses hidroksilasi yang

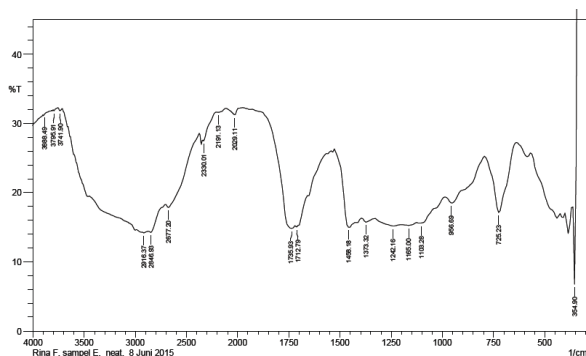
menghasilkan senyawa polioliol dengan rendemen sebesar 69,23 %. Senyawa polioliol minyak biji kelor yang dihasilkan dianalisa dengan spektroskopi FT-IR dan menghasilkan spektrum sebagai berikut.



Gambar 3. Spektrum FT-IR Senyawa Polioliol dari Minyak Biji Kelor

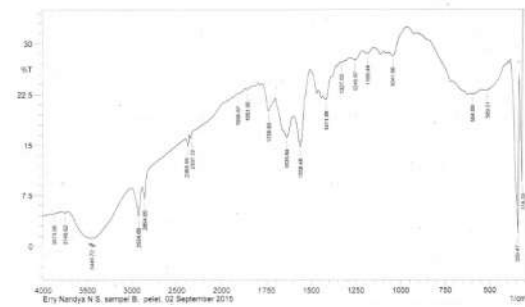
Spektrum diatas menunjukkan bahwa senyawa polioliol dari minyak biji kelor telah terbentuk dan memiliki spektrum serapan pada bilangan 725,23 cm^{-1} yang merupakan serapan khas dari vibrasi *rocking* $(\text{CH}_2)_n$, dimana $n \geq 4$, bilangan gelombang 1242,16 cm^{-1} merupakan serapan dari vibrasi *stretching* gugus oksiran $-\text{C}-\text{O}-\text{C}-$, bilangan gelombang 1458,18 cm^{-1} adalah serapan dari vibrasi *bending* $-\text{C}-\text{H}$, bilangan gelombang 1728,22 cm^{-1} adalah serapan khas dari vibrasi *stretching* $-\text{CO}$, bilangan gelombang 2854,65 cm^{-1} dan 2924,09 cm^{-1} merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $-\text{C}-\text{H}$ alifatik jenuh, dan bilangan gelombang 3402,43 cm^{-1} merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $-\text{OH}$ dengan intensitas yang tinggi dan mengindikasikan bahwa senyawa polioliol dari minyak biji kelor terbentuk.

Spektrum minyak biji kelor dianalisa dengan spektroskopi FT-IR untuk melihat perubahan yang terjadi dalam pembentukan senyawa polioliol dan berikut hasil spektrumnya.



Gambar 4. Spektrum FT-IR Minyak Biji Kelor

Rendemen sabun kalium campuran dalam bentuk polioliol yang diperoleh 70,36%. Senyawa sabun kalium campuran dalam bentuk polioliol yang diperoleh dianalisa dengan spektroskopi FT-IR sebagai berikut.



Gambar 5. Spektrum FT-IR Sabun Kalium Campuran dalam Bentuk Polioliol dari Minyak Biji Kelor

Spektrofotometer FT-IR dari sabun kalium campuran dalam bentuk polioliol menunjukkan puncak serapan pada daerah gelombang 3448,72 cm^{-1} yang merupakan serapan khas gugus hidroksil (OH). Pada bilangan gelombang 2924,09 cm^{-1} dan 2854,65 cm^{-1} menunjukkan serapan khas dari vibrasi *stretching* CH sp^3 . Pada bilangan gelombang 1753,93 cm^{-1} merupakan serapan khas dari vibrasi *stretching* $-\text{C}-\text{O}-$, bilangan gelombang 1635,64 cm^{-1} merupakan serapan khas gugus karbonil (C=O) untuk senyawa garam karboksilat dan pada bilangan gelombang 1411,89 menunjukkan serapan khas dari vibrasi *bending* CH sp^3 .

Hasil dalam penentuan sifat fisik dan kimia dari sabun kalium asam lemak dan sabun kalium polioliol campuran dalam minyak biji kelor dapat dilihat dalam tabel 1.

Tabel 1. Sifat Fisik dan Kimia dari Sabun Kalium Asam Lemak dan Sabun Kalium Polioliol Campuran dari Minyak Biji Kelor

Sifat Fisik Kimia	Sabun Kalium Asam Lemak	Sabun Kalium Campuran dalam bentuk Polioliol
Warna	Kuning	Putih
Bilangan Penyabunan	5,946	5,938
Bilangan Asam	8,0325	10,3275
Nilai HLB	5,2178	8,4767
Bilangan Alkalinitas Bebas	0,8309	0,551
Warna	Kuning	Putih
Bilangan Penyabunan	5,946	5,938
Bilangan Asam	8,0325	10,3275

KESIMPULAN

Hasil penelitian yang telah dilakukan terdapat perbedaan pada nilai HLB, nilai alkalinitas bebas, nilai kekuatan dan kestabilan busa antara sabun

dalam bentuk polioliol dengan sabun kalium asam lemak dari minyak biji kelor. Pada sabun dalam bentuk polioliol memiliki nilai HLB sebesar 8,4767 dan nilai alkalinitas bebas sebesar 0,551%. Sedangkan pada sabun kalium asam lemak dari minyak biji kelor memiliki nilai HLB sebesar 5,2178 dan nilai alkalinitas bebas sebesar 0,8309%. Pada uji kekuatan dan stabilitas busa sabun dalam bentuk polioliol dengan sabun kalium asam lemak memiliki kestabilan yang sama.

SARAN

Sebaiknya dipisahkan terlebih dahulu antara asam lemak jenuh dengan tidak jenuh

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Anah, L dan Mahpud. 2008. *Kinetika Reaksi Esterifikasi Asam Oleat dan Sorbitol*. Pusat Penelitian Kimia LIPI dan Teknik Kimia: ITS.
- [2] Richtler, H.J., and Knaunt, J. 1984. *Challenges to a Mature Industry Marketing and Economics of Oleochemicals in Western Europe*. J.Am. Oil. Chem. Soc, Vol 61. 160
- [3] Tambun, R. 2008. *Proses Pembuatan Asam Lemak Secara Langsung dari Buah Kelapa Sawit*. Medan: USU