

## PEMBUATAN SURFAKTAN BERBAHAN DASAR MINYAK BIJI MAHONI *Swietenia macrophylla* King DENGAN DIETANOLAMINA

### MANUFACTURE OF SURFACTANT MAHAGANY *Swietenia macrophylla* King SEED OIL WITH DIETANOLAMINA

Catur Oktaviani\*, Daniel dan Winni Astuti

Program Studi Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

Jl. Barong Tongkok No. 4 Gn. Kelua Samarinda. Telp. 0541-749152

\*Corresponding Author: [vianc881@gmail.com](mailto:vianc881@gmail.com)

#### ABSTRACT

This research was conducted to synthesize diethanolamide synthesis from methyl esters of mahogany seed oil (*Swietenia macrophylla* King) through an oxidation reaction with variation in catalyst weight. The results showed that the 48,97% mahogany seed oil content of acid was 24,239 mg KOH/g. The mahogany seed oil was methyl ester through the reverse esterification method of 0,791 mg KOH/g, saponification is 88,373 mg KOH/g. The results of the GC-MS analysis of the dominant fatty acid are methyl linoleic by 36,02%. Methyl esters are reacted with diethanolamine through an amidation method using a variation of catalyst weight which is 0,5%, 1% and 1,5% with yield percentages of 71,197%, 79,638% and 82,035%. The optimum condition of diethanolamide synthesis is the catalyst weight variation of 1.5% which can reduce water surface tension by 45,159%. The FT-IR spectrum data shows that the absorption peak which is specific to the amide group is found at wave number  $1620\text{cm}^{-1}$  so it can be concluded that the compound is diethanolamide.

**Keyword** : Mahogany seed oil, esterification amidation, diethanolamide.

#### PENDAHULUAN

Minyak nabati adalah minyak yang berasal dari tumbuh-tumbuhan yang diperoleh dari proses ekstraksi maupun pengepresan. Pada umumnya minyak yang berasal dari tumbuhan mudah diperoleh di tempat sekitar. Minyak nabati yang pada umumnya yaitu kelapa sawit, buah jarak, kelapa, kacang tanah, kacang kedelai dan jagung.

Salah satu minyak yang berasal dari tumbuhan dan belum dipergunakan untuk bahan baku pembuatan surfaktan adalah minyak biji mahoni. Minyak biji mahoni secara kimiawi terdiri dari senyawa asam lemak palmitat 0,18%, stearat 15,52%, linoleat 62,38%, oleat 20,29%. Berdasarkan penelitian [1], telah diperoleh hasil senyawa yang utama adalah senyawa linoleat yang ada dalam minyak biji mahoni. Biji mahoni jenis *Swietenia macrophylla* King merupakan bahan baku yang memiliki kandungan minyak yang cukup tinggi yaitu berkisar 52,5% [2]. Kandungan minyak biji mahoni lebih besar daripada kandungan minyak biji jarak pagar yang sekitar 30-50% [3].

Sintesis senyawa alkanolamida dilakukan dengan mereaksikan asam lemak atau metil ester dengan dietanolamina menghasilkan reaksi dietanolamida. Dietanolamina termasuk surfaktan

nonionik, dapat menurunkan tegangan permukaan cairan antar permukaan dua cairan yang tidak bercampur [4].

Surfaktan adalah memiliki gugus lipofobik (suka air) dan gugus lipofilik (suka minyak). Kedua gugus tersebut memiliki keseimbangan lipofobik dan lipofilik HLB (*Hidrophilic and Lipophilic Balance*) yang menggolongkan jenis surfaktan tersebut, apakah bersifat pengemulsi, *wetting agent*, detergen *solubilizer* dan sebagainya, tergantung nilai HLBnya seperti pada senyawa dilauril maltosa yang mampu menurunkan tegangan permukaan dengan nilai HLB 2,67 yang digolongkan sebagai surfaktan yang dapat digunakan sebagai zat anti busa dan senyawa polioli alkanolamida linoleat yang diperoleh untuk bahan pengemulsi dengan HLB 13,096 [5,6].

Berdasarkan latar belakang diatas, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan minyak biji mahoni yang diolah menjadi surfaktan dengan menggunakan metode amidasi yaitu menggunakan jenis surfaktan dietanolamina dengan variasi berat katalis  $\text{NaOCH}_3$  dan membandingkan hasil yang diperoleh serta mengetahui penggolongan jenis surfaktan yang didapatkan.

## METODOLOGI PENELITIAN

### Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pipet volume, gelas ukur, gelas beker, serangkaian alat refluks, rotary evaporator, labu takar, erlenmeyer, buret, neraca analitik, corong kaca, pipet tetes, piknometer, stalagnometer, oven, hot plate, corong pisah, serangkaian alat sokletasi, tiang statif, klem, botol semprot, blender, oven, spektroskopi FT-IR dan GC-MS.

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu minyak biji mahoni, dietanolamina, n-Heksan, H<sub>2</sub>SO<sub>4(p)</sub>, metanol, aquades, etanol, KOH, HCl, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat, NaOCH<sub>3</sub>.

### Prosedur Penelitian

#### Ekstraksi Minyak Biji Mahoni

Biji Mahoni dikupas dan diambil bijinya berwarna putih, setelah itu biji mahoni dioven pada suhu 60°C selama ±6 jam dan biji mahoni dihaluskan. Setelah itu biji mahoni diekstraksi sokletasi dengan pelarut n-heksan pada suhu 60-65°C, hasil sokletasi disaring dan dipekatkan dengan menggunakan *rotary evaporator*.

#### Esterifikasi Minyak Biji Mahoni

Sebanyak 130 gram minyak biji mahoni dimasukkan ke dalam labu alas datar leher tiga yang telah disambungkan dengan kondensor bola dimana labu telah diletakkan *magnetic stirrer*. Setelah itu ditambahkan dengan metanol dengan perbandingan mol minyak : mol metanol (1:6) sambil diaduk dengan magnetik stirrer. Labu didinginkan dengan es batu dan ditambahkan secara pertetes dengan katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4(p)</sub> 4% b/b dari berat minyak, dengan menggunakan corong pisah yang disambungkan dengan labu. Kemudian minyak, katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4(p)</sub> dan metanol direfluks dengan suhu 60-70°C selama 6 jam. Hasil dari refluks ini dimasukkan ke dalam corong pisah, hingga terbentuk 2 fase. Fase atas diambil dan dibilas dengan aquades hingga pH netral dan disaring dengan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat.

#### Pembuatan Surfaktan Dietanolamida

Metil ester minyak biji mahoni dengan penambahan dietanolamina menggunakan perbandingan rasio mol (1:2). 30 gram (0,034 mol) metil ester dimasukkan ke dalam labu leher tiga dan diaduk dengan pengaduk magnet ditambahkan dietanolamin 6,559 mL (0,068 mol), kemudian ditambahkan variasi katalis NaOCH<sub>3</sub> 0,5%, 1% dan 1,5% (dalam metanol), dilakukan selama 4 jam pada suhu pemanasan 80°C-90°C, dilanjutkan dengan proses evaporasi [5,6].

### Uji Bilangan Asam dan Kadar ALB

Sebanyak 2 gram metil ester biji mahoni dimasukkan kedalam erlenmeyer 100 mL, selanjutnya dilarutkan dengan 10 mL pelarut etanol serta ditambahkan dengan 3 tetes indikator PP lalu dititrasi dengan larutan standar KOH-alkoholis hingga berubah warna menjadi merah lembayung. Dicatat volume titrasi KOH yang digunakan dan tentukan bilangan asam (kadar ALB) melalui perhitungan dibawah ini:

$$\text{Bilangan asam} = \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times 56,11}{\text{berat sampel}}$$

$$\text{Kadar ALB} = \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times 294}{\text{berat sampel} \times 10}$$

Keterangan: 294 = Berat molekul metil linoleat  
56,1 = Berat molekul KOH

### Bilangan Penyabunan Pembuatan Blanko

Labu yang digunakan untuk uji bilangan penyabunan dimasukkan 25 mL KOH alkoholis 0,5 N setelah itu KOH alkoholis direfluks diatas penangas air mendidih selama 1 jam, setelah mendidih larutan didiamkan hingga dingin. Larutan yang sudah dingin ditambah 1 mL indikator PP setelah itu dititrasi dengan HCl 0,5N sampai diperoleh perubahan warna.

### Pengujian Sampel

Sebanyak dua gram sampel metil ester ditimbang dan dimasukkan ke dalam labu, setelah itu ditambah 25 mL KOH alkoholis 0,5N. Sampel direfluks diatas penangas air hingga mendidih selama 1 jam, dan didiamkan hingga larutan menjadi dingin. Hasil refluks ditambahkan dengan 3 tetes indikator PP dan dititrasi dengan HCl 0,5 N hingga terjadi perubahan warna.

$$\text{Bilangan Penyabunan} = \frac{(V_{\text{blanko}} - V_{\text{sampel}}) \times N_{\text{HCl}} \times 56,11}{\text{Berat Sampel}}$$

Keterangan: 56,11 = berat molekul KOH

### Tegangan Permukaan Metode Berat Tetes

Surfaktan 10% dilarutkan dalam air, setelah itu surfaktan yang telah larut dimasukkan dalam stalagnometer. Menentukan tegangan permukaan dengan metode berat tetes dengan alat stalagnometer didasarkan atas banyaknya campuran yang dihitung berdasarkan banyaknya jumlah tetesan yang menetes

melalui pipa stalagnometer dari batas atas hingga batas bawah dari stalagnometer. Banyaknya jumlah tetesan menandakan bahwa tegangan permukaan air semakin berkurang. Perhitungan nilai tegangan permukaan sebagai berikut :

$$\gamma = \frac{\rho_1}{\rho_0} \times \frac{\eta_0}{\eta_1} \times \gamma_0$$

### Uji Hydrophile-Lipophile Balance (HLB)

Pengukuran HLB dapat dilakukan dengan metode Griffin yaitu perhitungan HLB untuk surfaktan non ionik dari bahan baku metil ester asam lemak. Secara teoritis didapat harga HLB dengan menggunakan persamaan.

$$HLB = 7 + (HLB \text{ gugus hidrofil}) - (HLB \text{ gugus lipofil})$$

Penentuan harga HLB dapat diperoleh berdasarkan titrasi antara harga bilangan penyabunan dan bilangan asam yakni dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

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

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Ekstraksi Minyak Biji Mahoni

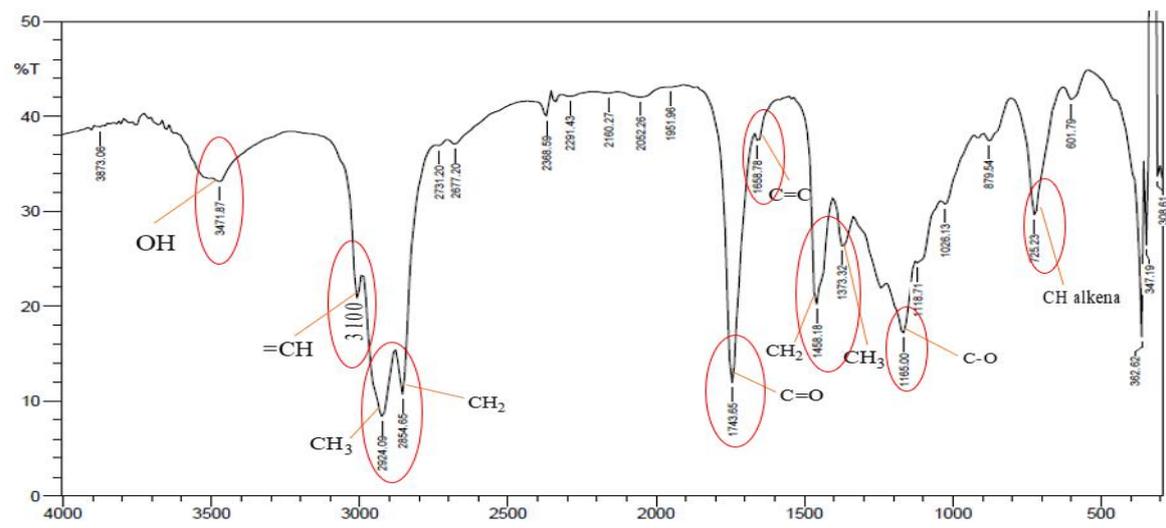
Biji mahoni yang telah dikeringkan dan dihaluskan sebanyak 132 gram diekstraksi sokletasi dengan penambahan pelarut n-heksan. Hasil dari ekstraksi sokletasi yang masih bercampur dengan pelarutnya dipekatkan dengan menggunakan *rotary evaporator* dan hasil minyak yang telah dipekatkan dipisahkan kembali dari getahnya dengan menggunakan *sentrifuge*. Rendemen hasil minyak murni yang dihasilkan yaitu 48,97%. Minyak biji mahoni yang dihasilkan dianalisa bilangan asam dan kadar ALB serta analisa GC-MS untuk mengetahui

komposisi asam lemak yang terdapat pada minyak biji mahoni dengan hasil yang diperoleh yaitu pada bilangan asam sebesar 24,2 mg KOH/gr dan pada kadar ALB yang diperoleh sebesar 12,18%.

### Esterifikasi Minyak Biji Mahoni

Proses esterifikasi ini menggunakan perbandingan minyak dan metanol 1:6 dan dilakukan penambahan katalis  $H_2SO_4$  pekat 4% dalam alat refluks dengan menggunakan suhu 60-70°C. Setelah direfluks selama 6 jam yang diharapkan pada waktu tersebut telah terbentuk metil ester. Hasil yang diperoleh dimasukkan dalam corong pisah dan didiamkan selama  $\pm 24$  jam sehingga terbentuk 2 fase. Dua fasa yang terbentuk dipisahkan dimana, fasa atas metil ester dan fasa bawah gliserol. Metil ester dicuci dengan aquades hingga pH netral. Selanjutnya setelah mencapai pH netral, disaring dengan  $Na_2SO_4$  anhidrat yang berfungsi sebagai penyerap sisa kandungan air yang masih terdapat dalam metil ester sehingga dapat dihasilkan metil ester yang murni untuk selanjutnya dikarakterisasi dengan FT-IR.

Berdasarkan analisa FTIR **Gambar 1.** menunjukkan bahwa terdapat puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 2924  $cm^{-1}$  dan 2854  $cm^{-1}$  merupakan serapan khas dari vibrasi stretching C-H alkana yang didukung dengan vibrasi bending  $CH_2$  dan  $CH_3$  pada daerah gelombang 1458  $cm^{-1}$  dan 1373  $cm^{-1}$ . Serapan khas dari karbonil (C=O) terdapat pada daerah bilangan gelombang 1743  $cm^{-1}$  dari ester yang terbentuk dan didukung dengan puncak vibrasi C-O ester pada daerah bilangan gelombang 1165  $cm^{-1}$ . Sedangkan spektrum pada daerah bilangan gelombang 1658  $cm^{-1}$  menunjukkan adanya serapan gugus C=C dari metil ester yang diperoleh dari metil ester linoleat. Gugus =CH alkena dari asam lemak tidak jenuh pada daerah bilangan gelombang 725  $cm^{-1}$ . Dari spektrum FT-IR terbentuk, menunjukkan bahwa metil ester mengandung gugus C=O yang merupakan karakteristik dari metil ester linoleat.



Gambar 1. Spektrum FT-IR Metil Ester

### Pembuatan Surfaktan Dietanolamida

Tahap ini dilakukan untuk mengkonversi metil ester menjadi dietanolamida. Dietanolamida dihasilkan ketika terjadi reaksi antara metil ester dengan senyawa amina yaitu dietanolamina dengan menggunakan katalis  $\text{NaOCH}_3$  dimana hasil samping pada reaksi ini yaitu metanol. Proses amidasi metil ester biji mahoni dilakukan dengan menggunakan variasi katalis 0,5%, 1% dan 1,5% dengan perbandingan rasio metil ester:dietanolamina 1:2 pada suhu 80-90°C selama 4 jam.

Berdasarkan *Hard Soft Acid Base* (HSAB), amidasi metil ester dengan dietanolamina menghasilkan dietanolamida dimana  $\text{H}^+$  dan  $\text{NH}_2$  merupakan asam keras yang mudah bereaksi dengan O pada metoksi merupakan basa keras dan  $\text{NH}^-$  merupakan basa lunak yang bereaksi dengan gugus asil  $\text{R-C}^+-\text{O}$  yang merupakan asam lunak.

Hasil dari amidasi dilakukan uji sifat fisik kimianya sebagai berikut:

Tabel 1. Hasil uji sifat fisik dan kimia metil ester minyak biji mahoni

No.	Sifat Fisik dan Kimia	Nilai
1.	Bilangan asam (mg KOH/g)	0,791
2.	Kadar ALB (%)	0,414
3.	Bilangan Penyabunan (mg KOH/g)	88,373

Tabel 2. Hasil Uji bilangan asam pada variasi berat katalis

No	Variasi Katalis	Bilangan Asam (mg KOH/gr)	Kadar ALB (%)
1.	0,5%	7,54	3,950
2.	1%	7,514	3,937
3.	1,5%	7,174	3,759

Tabel 3. Bilangan penyabunan berdasarkan variasi katalis

No.	Variasi Katalis	Bilangan Penyabunan (mg KOH/gr)
1.	0,5%	3,926
2.	1%	2,665
3.	1,5%	2,103

Tabel 4. Tegangan Permukaan untuk masing-masing variasi katalis

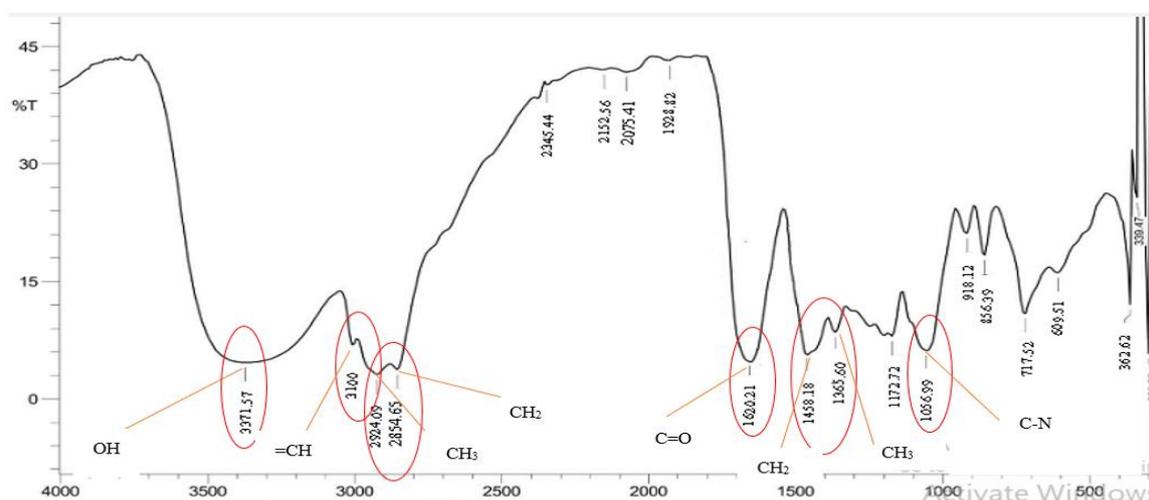
No.	Variasi Katalis	Persentase Penurunan
1.	0,5%	44,744
2.	1%	44,226

3.	1,5%	45,159
----	------	--------

### Analisa Spektrofotometer FT-IR

Produk hasil metil ester dianalisis secara kualitatif menggunakan spektrofotometer inframerah.

Produk hasil dietanolamida dianalisis menggunakan spektrofotometer inframerah pada **gambar 2**.



**Gambar 2.** Spektrum FT-IR Dietanolamida Minyak Biji Mahoni

Berdasarkan hasil analisa spektrokopi FT-IR pada **gambar 2**, adanya puncak serapan yang terdapat pada daerah bilangan gelombang  $3371\text{ cm}^{-1}$  menandakan adanya gugus (-OH). Vibrasi juga terjadi pada daerah bilangan gelombang  $2924\text{ cm}^{-1}$  dan  $2854\text{ cm}^{-1}$  CH alkana vibrasi *stretching* yang didukung dengan bilangan gelombang  $1458\text{ cm}^{-1}$  dan  $1365\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi bending  $\text{CH}_2$  dan  $\text{CH}_3$ . Pada daerah bilangan gelombang  $3100\text{ cm}^{-1}$  menandakan adanya gugus CH alkena dan pada daerah bilangan gelombang  $1056\text{ cm}^{-1}$  menandakan adanya gugus CN. Hasil data spektrum pada bilangan gelombang  $1620\text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan khas pada karbonil (C=O) amida berdasarkan [7]. Dari data spektrum yang diperoleh tidak terdapat serapan daerah bilangan gelombang  $\pm 1700\text{ cm}^{-1}$  karena metil ester sudah terkonversi membentuk gugus karbonil amida sehingga tidak muncul serapan bilangan gelombang  $\pm 1700\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan gugus karbonil metil ester.

### Hydrophile-Lipophile Balance (HLB)

Uji Hydrophile-Lipophile Balance (HLB) menggunakan metode teoritis Griffin. Perhitungan ini berdasarkan dengan nilai HLB dari setia gugus, baik gugus hidrofilik maupun lipofilik. Rumus yang digunakan untuk penentuan nilai HLB sebagai berikut :

$$\text{HLB} = 7 + (\text{HLB gugus hidrofil}) - (\text{HLB gugus lipofil})$$

Secara teoritis berdasarkan nilai HLB campuran untuk gugus hidrofil dan lipofil masing-masing komponen metil ester yang dikonversi menjadi dietanolamida, maka diperoleh harga HLB 15,146. Nilai HLB ini menunjukkan harga kesetimbangan gugus hidrofil dan gugus lipofil yang terdapat dalam suatu senyawa. Berdasarkan perhitungan menunjukkan bahwa nilai HLB dietanolamida 0,5% sebesar 9,585%, 1% sebesar 12,905 dan 1,5% sebesar 14,136%. Penentuan nilai HLB dietanolamida secara praktek dan teoritis terdapat perbedaan, ini disebabkan karena reaksi yang terjadi pada pembentukan dietanolamida tidak berjalan sempurna sehingga konversi metil ester ke dietanolamida tidak maksimal. Akan tetapi nilai HLB teoritis dan praktek masih dalam rentang nilai HLB yang sama, yaitu pada rentang skala nilai HLB 9-15. Nilai HLB ini menunjukkan arah penggunaan produk dietanolamida sebagai zat pengemulsi.

### Uji Tegangan Permukaan dengan Metode Berat Tetes

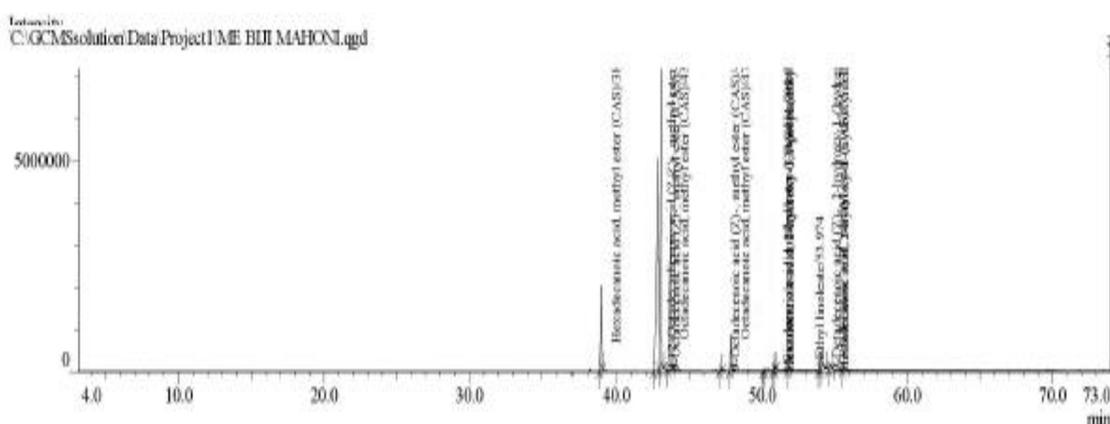
Pengujian tegangan permukaan pada dietanolamida ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan senyawa ini dalam menurunkan tegangan permukaan. Hasil yang didapat dari tagangan permukaan dietanolamida pada katalis 0,5%, 1% dan 1,5% yaitu 44,744%, 44,226% dan 45,159%. Pada uji tegangan ini dilakukan untuk melihat kemampuan dari dietanolamida menurunkan tegangan permukaan air yang sesuai fungsi dari

surfaktan. Dimana, dietanolamida optimum yang didapat mampu menurunkan tegangan permukaan air lebih besar yaitu pada 1,5% karena pada berat katalis tersebut mampu mempercepat reaksi terkonversi kearah kanan membentuk produk. Dietanolamida memiliki gugus hidrofilik dan gugus hidrofobik. Dietanolamida yang ditambahkan ke dalam air menyebabkan ujung hidrofilik ditarik oleh air dan larut didalamnya, sedangkan gugus hidrofobik

ditolak oleh air, akibatnya suatu lapisan tipis terbentuk diatas permukaan air sehingga dapat menurunkan tegan permukaan air.

### Analisa GC-MS

Pengujian metil ester menggunakan GC-MS dilakukan untuk mengetahui komposisi asam lemak yang terdapat dalam minyak.



Gambar 3. Kromatogram Metil Ester Minyak Biji Mahoni

Tabel 5. Metil Ester Asam Lemak Minyak Biji Mahoni

No.	Nama Senyawa	Waktu Retensi	% Area
1.	Metil Palmitat	38,964	9,56
2.	Metil Linoleat	42,823	<b>36,02</b>
3.	Metil Oleat	43,081	35,28
4.	Metil Stearat	43,691	14,83
5.	Metil Oleat	47,177	0,17
6.	Metil Stearat	47,848	2,17
7.	Etil Palmitat	50,805	0,40
8.	Metil Eicosanoid	51,799	0,43
9.	Etil Linoleat	53,974	0,86
10.	Metil Stearat	55,575	0,28

Dari tabel hasil analisa GC-MS minyak biji mahoni terdapat beberapa senyawa dalam minyak biji mahoni, namun kandungan terbesar yaitu asam linoleat 36,02% dan senyawa-senyawa yang lain dibawah asam linoleat yaitu asam oleat, asam stearat dan asam palmitat dengan komposisi masing-masing yaitu 35,28%, 14,83% dan 9,56%. Berdasarkan dari hasil spektrum massa metil linoleat terdapat pada area 2 dengan persentase yang paling tinggi yaitu 36,02%.

### KESIMPULAN

Dietanolamida yang didapat dari hasil sintesis metil ester berupa gel yang berwarna putih dengan rendemen terbesar pada variasi berat  $\text{NaOCH}_3$  1,5% sebesar 82,035 %. Uji sifat fisik dan kimia dari dietanolamida untuk uji tegangan permukaannya

sebesar 45,159 dyne/cm, nilai bilangan asam sebesar 7,174mg KOH/gr, dengan bilangan penyabunan sebesar 2,103mg KOH/gr dan nilai HLB yang didapat 14,136 merupakan surfaktan yang dapat digunakan sebagai pengemulsi.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Damayanti, A., & Bariroh, S. (2012). Pengolahan Biji Mahoni (*Swietenia Macrophylla* King) Sebagai Bahan Baku Alternatif Biodiesel. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, 1(1), 8–15.
- [2] Okieimen FE, Eromosele CO. 1999. Fatty acid composition of seed oil of *Khaya Senegalensis*. *Bioresource Technology*, pp. 279-280.
- [3] Ong HC, Mahlia TMI, Masjuki HH, Nurhasyima RS. 2011. Comparison Of Palm Oil, *Jatropha*

- Curcas and Calophyllum inophyllum for biodiesel: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 15 (8): 3501-3515.
- [4] Swern, D. 1995. Product-Industrial and Consumer Non Edible Products From Oils and Fats. *Bailey's Industrial Oil and Fat*, Vol. 5, 5<sup>th</sup>.
- [5] Daniel. 2009. Synthesis Alkanolamide Tetrahydroxy Otadecanoate Compound From Candle Nut Oil. *Indonesian Journal Of Chemistry*. Vol 9 (2), pp. 271-277.
- [6] Daniel. 2009. Synthesis Of Surfactans Dylauroyl Maltose Through Acetilation Reaction Of Maltose Followed By Tranesterification Reaction With Methyl Laurate. *Indonesian Journal Of Chemistry*. Vol 9 (3), pp. 445-451.
- [7] Pavia L Donald, Lampman M Gary, Kriz S George. 2015. *Introduction To Spectroscopy*. Washington: Unversity Bellingham.