

KARAKTERISTIK SENYAWA ALKANOLAMIDA DARI MINYAK JARAK CASTOR DAN DIETANOLAMINE DENGAN KATALIS KOH

Fatma Sari Lubis¹

¹Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Jakarta
fatma.sari@umj.ac.id

ABSTRAK. Alkanolamida merupakan senyawa amida yang banyak digunakan dalam industri kimia, kosmetik, maupun otomotif. Senyawa ini memiliki sifat "deterjensi" karena memiliki molekul amphiphilic. Karena sifatnya, alkanolamida dapat berperan sebagai surfaktan. Bahan baku yang sering digunakan adalah metil ester, tetapi penggunaan metil ester perlu dipertimbangkan dikarenakan dapat menimbulkan busa yang berlebih dalam penggunaannya. Penelitian ini memakai minyak jarak sebagai bahan baku sumber trigliserida. Surfaktan jenis alkanolamida masih sangat diperlukan untuk menghasilkan surfaktan yang murah, ramah lingkungan dan biodegradable dari sumber terbarukan. Penelitian ini bertujuan untuk identifikasi senyawa alkanolamida dari reaksi antara minyak jarak dan diethanolamina dengan katalis KOH. Dari hasil analisis FTIR, Gugus amida C=O terbentuk pada panjang gelombang $1618,88\text{ cm}^{-1}$, dari hasil GC-MS terbaik terbentuk senyawa dietanolamida oleat dengan kemiripan 38%.

Kata kunci: Alkanolamida, surfaktan, trigliserida

ABSTRACT. Alkanolamide is an amide compound widely used in chemical, cosmetic and automotive industries. This compound has a "detergency" property because it has an amphiphilic molecule. The raw material that used is methyl esters, but the use of methyl esters needs to be considered because it can cause excessive foam in its use. This study uses castor oil as a raw material for triglycerides. Because of its nature, the alkanolamide can act as a surfactant. Hence, the surfactant of alkanolamide type environmentally-friendly and biodegradable surfactant from renewable sources. This study aims to identify amide compounds from reaction between triglyceride and diethanolamine with KOH catalyst. From the FTIR analysis result, the C=O compound formed has a wavelength $1618,88\text{ cm}^{-1}$, the best result of GC-MS is the compound diethanolamide oleat with 38% similarity.

Keywords: Alkanolamide, Surfactant, triglyceride

PENDAHULUAN

Alkanolamida merupakan senyawa amida yang banyak digunakan dalam industri kimia, kosmetik, maupun otomotif. Senyawa ini memiliki sifat "deterjensi" karena memiliki molekul *amphiphilic*. *Amphiphilic* adalah suatu molekul yang sekaligus memiliki gugus hidrofilik dan gugus lipofilik dimana bagian polar yang suka akan air (hidrofilik) dan bagian nonpolar yang suka akan minyak/lemak (lipofilik). Sifat-sifat "deterjensi" ini sangat mendasar dalam sistem kehidupan dimana fase berair dan berlemak harus saling berdampingan. Karena sifatnya,

alkanolamida dapat berperan sebagai surfaktan.

Surfaktan adalah bahan aktif permukaan senyawa yang tepat untuk bertindak sebagai agen pengemulsi, deterjen, pelumas, dan sebagainya.

Sejumlah surfaktan berbasis sintetis atau minyak bumi dikenal beracun bagi hewan, ekosistem dan manusia dan dapat meningkatkan difusi kontaminan lingkungan lainnya (Emmanuel *et al*, 2005; Metcalfe *et al*, 2008). Maka surfaktan jenis alkanolamida masih sangat diperlukan untuk menghasilkan surfaktan yang murah, ramah lingkungan dan *biodegradable* dari sumber terbarukan.

Reaksi amidasi merupakan reaksi yang masih jarang digunakan. Reaksi amidasi terjadi dengan mereaksikan asam lemak, metil ester atau trigliserida dengan alkanolamina atau dietanolamina. (Anthony, 2014). Bahan baku yang sering digunakan adalah metil ester, tetapi penggunaan metil ester perlu dipertimbangkan dikarenakan dapat menimbulkan busa yang berlebih dalam penggunaannya. (Sari, 2018). Penelitian ini memakai minyak jarak sebagai bahan baku sumber trigliserida. Minyak jarak mengandung 87% asam risinoleat. Asam risinoleat memiliki empat fungsi yaitu karboksilat, hidroksi, unsaturasi dan hidrokarbon rantai panjang. Karena kandungan yang dimiliki minyak jarak castor yang unik sehingga dapat digunakan sebagai alternatif pengganti minyak bumi. (Rachapudi, 2017). Penelitian tentang alkanolamida telah banyak dilakukan, Colluci *et al*, (2008)" menyatakan bahwa senyawa alkanolamida berfungsi sebagai dispersant dan deterjen sehingga meningkatkan performa mesin. Manurung *et al*, (2013) dalam penelitiannya mempelajari kinetika reaksi yang terjadi dari proses amidasi sintesis Metil Ester dan diethanolamina dengan katalis HCl. Kumar *et al*, (2015) dalam penelitiannya menguji *fatty acid alkanolamide* dengan uji pelumasan. Penelitian sebelumnya katalis yang digunakan adalah katalis asam. Adapun penelitian ini katalis yang digunakan adalah katalis basa yaitu potasium hidroksida (KOH), Hal ini dikarenakan katalis basa memiliki keunggulan yaitu murah dan tidak bersifat korosif. Namun kelemahan dari katalis basa adalah membutuhkan proses pemisahan produk yang relatif sulit. Dalam proses pemurnian digunakan asam fosfat sebagai pelarut untuk memisahkan alkanolamida dari gliserin sehingga produksi alkanolamida memiliki kemurnian yang tinggi. Karakteristik senyawa alkanolamida ditinjau dari analisis FTIR dan Analisis GC-MS.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan minyak jarak castor sebagai trigliserida, dietanolamina sebagai sumber amina, KOH sebagai katalis, asam fosfat sebagai bahan pemurnian alkanolamida.

Alat

Alat-alat yang digunakan *hot plate* dan *magnetic stirrer*, termometer, gelas beaker, timbangan, alat uji FTIR (Fourier Transfer Infra-Red) dan alat GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometry)

Metode Penelitian

Metode penelitian dibagi menjadi 2 yaitu sintesis alkanolamida dan purifikasi alkanolamida.

1. Sintesis alkanolamida

Timbang bahan baku trigliserida dan diethanolamina (DEA) dengan perbandingan mol trigliserida : dietanolamina = 1 : 1.5 dan katalis (KOH) 1% berat trigliserida. Reaksi antara trigliserida dan dietanolamina, diadakan di reaktor gelas kaca di bagian atas pelat panas pengadukan selama 2 jam menggunakan katalis basa. Reaksi suhu pada 125 °C. Dalam kondisi ini, campuran menjadi transparan (homogen) sebagai fase cair. Suhu selama pencampuran dipertahankan. Reaksi dilanjutkan sampai waktu reaksi 2 jam sampai larutan berwarna kuning gelap. Setelah waktu reaksi selesai, solusi satu fase akan terbentuk, dan suhu menurun hingga 82 ° C (harus di bawah 100 ° C untuk mencegah kondensasi).

2. Pemurnian alkanolamida

Setelah waktu reaksi selesai akan terbentuk larutan satu fasa, lalu turunkan suhu hingga 82 °C (harus di bawah 100 °C untuk mencegah kondensasi). Pemisahan dengan H₃PO₄ teknis 85% perlahan-lahan sampai 100 : 8,5 % berat. Campuran diaduk selama satu jam dan dibiarkan mengendap selama 2 jam. Setelah mengendap, akan terbentuk dua lapisan. Lapisan yang akan terbentuk terdiri dari lapisan atas (organik) yaitu

senyawa alkanolamida dan lapisan bawah (anorganik) senyawa gliserin. Tidak boleh ada senyawa lemak dilapisan bawah (anorganik) ini. Analisis hasil lapisan atas (senyawa alkanolamida)

Metoda Analisa

Setelah diperoleh senyawa alkanolamida, maka akan dilakukan analisis untuk mengetahui identifikasi seperti analisa GC- MS dan analisa FTIR.

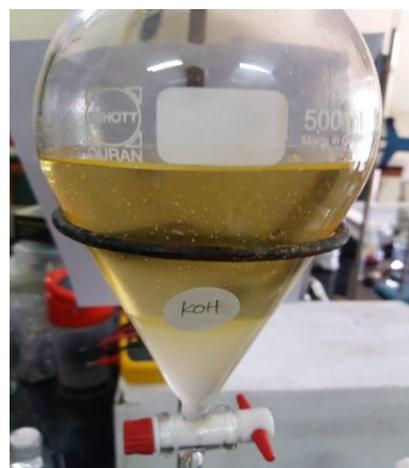
1. Analisa FTIR

Analisa ini dilakukan untuk melihat jenis ikatan-ikatan yang terdapat di dalam hasil reaksi amidasi yang diperoleh.

2. Analisa GC-MS

Analisa ini dilakukan untuk melihat macam-macam senyawa yang terbentuk dari hasil reaksi amidasi. Untuk uji GC-MS pada penelitian ini hanya hasil lapisan atas reaksi amidasi. Uji GC-MS dilakukan di lakukan di Pusat Laboratorium Forensik (PusLabFor), Jakarta.

disukai dilakukan pada 82 ° C (Sari, 2018). Lapisan yang akan dibentuk terdiri dari lapisan atas (organik) yang merupakan senyawa alkanolamida dan lapisan bawah (anorganik) yang merupakan senyawa gliserin. Fosfat akan mengikat mono, di, trigliserida dan akan terikat ke lapisan bawah, atau presipitasi membentuk fosfolgliserida. Produk akhir yang dihasilkan terdiri dari 80% substrat alkanolamida (lapisan atas) dan 20% gliserin (lapisan bawah). Gambar 1 menunjukkan alkanolamida yang terbentuk.



Gambar 1. Alkanolamida terbentuk dalam dua fasa

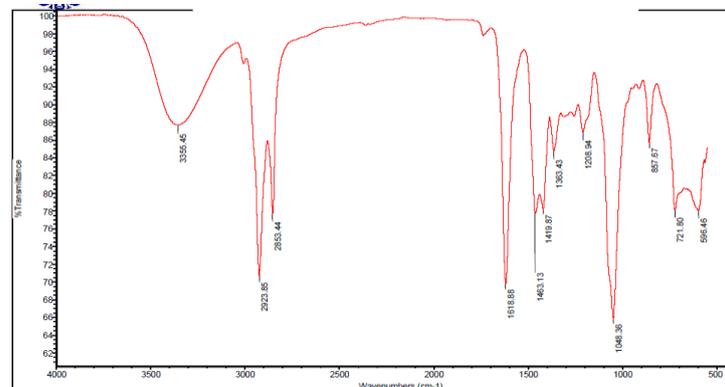
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Hasil Penelitian

Dalam sintesis alkanolamida, reaksi antara trigliserida dan dietanolamina dengan menggunakan katalis basa akan membentuk satu fase, diperlukan pemurnian untuk memisahkan alkanolamida dari produk samping gliserin. Pemurnian alkanolamida dilakukan dengan metode sederhana dengan menambahkan pelarut ke dalam alkanolamida yang terbentuk. Senyawa yang digunakan asam fosfat untuk mengikat alkanolamida yang terbentuk. Asam Fosfat mengandung proton yang dapat berdisosiasi, meninggalkan molekul residual dengan muatan negatif. Dalam hal ini transfer grup terjadi adalah fosforilasi. Alkanolamida terbentuk dalam satu fase ketika ditambahkan senyawa asam fosfat akan membentuk dua lapisan gliserin terfosforilasi dan alkanolamina fosfat. Asam fosfat digunakan 6-9 bagian berat asam fosfat hingga 100 bagian berat

Gambar 1 menunjukkan alkanolamida terbentuk dalam dua fasa. Hasil lapisan atas ini akan dianalisis menggunakan FTIR dan GC-MS.

Pembahasan 1. Analisa FTIR



Gambar 2

Identifikasi sintesis alkanolamida dengan FTIR digunakan untuk mengetahui gugus-gugus yang terkandung dari hasil sintesis alkanolamida. Hasil analisis FTIR alkanolamida dapat dilihat pada Gambar 2.

Dari literatur, alkanolamida dibentuk oleh adanya penyerapan yang kuat di C=O pada 1630–1660 cm⁻¹. Ikatan hydrogen dan nitrogen akan terbentuk pada penyerapan N-H sekitar 3300 cm⁻¹. (Wade, 2010). Dari hasil analisis spektroskopi FTIR menunjukkan puncak serapan pada daerah panjang gelombang 3355,45 cm⁻¹ yang merupakan serapan dari gugus OH yang melebar dan kuat, dan gugus NH juga muncul pada daerah ini dan berimpit dengan gugus OH sehingga tidak tampak jelas pada spektrum. Gugus alifatik C-H dapat terbentuk pada panjang gelombang 2923,85 cm⁻¹. Gugus alifatik C-H mendukung bahwa asam lemak pada minyak jarak castor merupakan asam karboksilat rantai panjang. Gugus amida C=O terbentuk pada panjang gelombang 1618,88 cm⁻¹. Selain itu alkanolamida yang terbentuk dapat dibuktikan dari pustaka lab uji. Tabel 1 merupakan komposisi kemiripan senyawa alkanolamida.

Tabel 1. Komposisi kemiripan senyawa alkanolamida

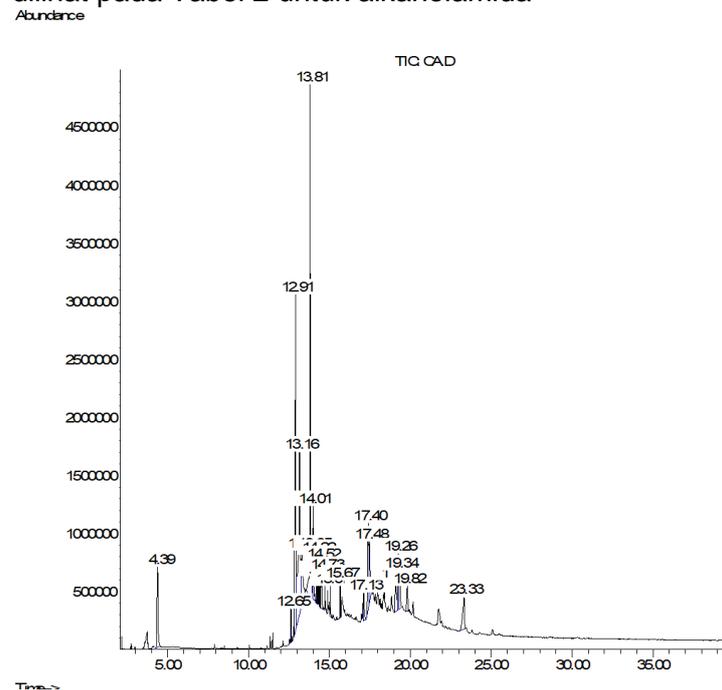
Kemiripan	%
1:1 Coconut diethanolamida	90,16
Soya diethanolamide	89,43
1:1 Laurel diethanolamide	87,31

Struktur pada sampel yang terbaca alat memiliki kemiripan dengan senyawa 1:1 *Coconut Diethanolamide*, *Soya Diethanolamide* dan 1:1 *Laurel Diethanolamida* yang berfungsi sebagai surfaktan.

2. Analisis GC-MS

Analisis GC-MS dilakukan untuk mengetahui komposisi alkanolamida yang dihasilkan dari reaksi amidasi antara minyak jarak castor dan diethanolamina dengan katalis KOH. Hasil analisis GC-MS

alkanolamida dapat dilihat pada Gambar 3. Peak-peak yang terbaca oleh alat dapat dilihat pada Tabel 2 untuk alkanolamida



Gambar 3. GC-MS alkanolamida dari minyak jarak castor

Tabel 2. Hasil GC- MS alkanolamida dari minyak jarak castor

RT	Luas area	Pustaka	Kemiripan
12,91	18,22	9,12-Octadecadienoic acid (Asam linoleat)	99
13,81	17,46	Methyl Ester Of Ricinoleic Acid (Metil ester asam risinoleat)	94
17,13	1,56	Oleic diethanolamide (diethanolamida oleat)	38

Dari hasil analisis terdapat banyak peak yang dihasilkan, peak yang paling sering terdeteksi adalah senyawa *9,12-Octadecadienoic acid* dengan persen kemiripan paling besar 99% dan persen area terbesar 18,22%. *9,12-Octadecadienoic acid* atau asam linoleat, selain itu asam lemak lainnya adalah metil ester asam risinoleat dengan persen kemiripan 94% dengan luas area yang dihasilkan sebesar 17,46% dan alkanolamida yang terbentuk adalah *oleic diethanolamide* dengan persen kemiripan 38% dengan persen area sebesar 1,56%. Kandungan asam oleat yang terdapat pada diethanolamida memiliki fungsi lain sebagai pelumas, dimana jumlah karbon 8 sampai 24 bersifat *anti wear*, Komposisi

pelumas ini memberikan adhesi yang kuat dan pembasahan oli pada bagian logam, sehingga mengurangi keausan, meningkatkan pelumasan dan memperbaiki pengeboran lubang cepat. (Gatlin, 2001).

KESIMPULAN (DAN SARAN)

Kesimpulan

Dari hasil pemurnian alkanolamida dihasilkan produk akhir 80% alkanolamida (lapisan atas) dan 20% gliserin (lapisan bawah). Gugus amida C=O terbentuk pada panjang gelombang 1618, 88 cm⁻¹. Alkanolamida yang terbentuk adalah *oleic diethanolamide* dengan persen kemiripan 38% dengan persen area sebesar 1,56%.

Saran

Untuk penelitian selanjutnya perlu adanya variasi lain untuk mendapatkan hasil optimum, seperti variasi waktu, temperatur dan adanya analisis lain seperti analisis uji densitas, uji viscometer dan uji fisika lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Anthony J. O'Lenick, Jr. (2014). *Surfactants: Strategic Personal Care Ingredients* (Vol. Chapter 5). USA: Allured Publishing
- Colucci, William J, & Kadkhodayan, Abbas. (2008). *Alkanolamides and Their Use as Fuel Additives*: US Patent 20,080,072,477.
- Emmanuel, Evens, Hanna, Khalil, Bazin, Christine, Keck, Gérard, Clément, Bernard, & Perrodin, Yves. (2005). *Fate of glutaraldehyde in hospital wastewater and combined effects of glutaraldehyde and surfactants on aquatic organisms*. Environment international, 31(3), 399-406
- Kumar, Dinesh, & Ali, Amjad. (2015). *Direct synthesis of fatty acid alkanolamides and fatty acid alkyl esters from high free fatty acid containing triglycerides as lubricity improvers using heterogeneous catalyst*. Fuel, 159, 845-853.
- Manurung, Renita, Sinaga, Rahmat Akbar, & SimaTupang, Rahmat Taufik. (September, 2013). *Kinetics of Amidation for the Synthesis of Diethanolamide from Methyl Ester and Diethanolamina by Using Sulphuric Acid Catalyst*. International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology, Vol. 2(Issue 9), 4205-4210.
- Metcalf, Tracy L, Dillon, Peter J, & Metcalf, Chris D. (2008). *Detecting the transport of toxic pesticides from golf courses into watersheds in the Precambrian Shield region of Ontario, Canada*. Environmental Toxicology and Chemistry, 27(4), 811-818.
- Rachapudi B.N. Prasad, Bhamidipati V.S.K. Rao. (2017). *Chemical Derivatization of Castor Oil and Their Industrial Utilization*, AOCS Press, 279-303.
- Sari F, Susanto B. H, Bismo S (2018). *The potential utilization of coconut oil and palm oil as raw material of alkanolamide under alkaline conditions*. IOP Conference Series Earth and Environmental Science 105(1):012035.

